



De la caractérisation optique au champ proche électrique : des outils au service des micro et nanotechnologies.

François Bertin

► To cite this version:

François Bertin. De la caractérisation optique au champ proche électrique : des outils au service des micro et nanotechnologies.. Physique [physics]. Université Joseph Fourier – Grenoble I, 2006. tel-01087842

HAL Id: tel-01087842

<https://hal.science/tel-01087842>

Submitted on 26 Nov 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Mémoire pour l'obtention du diplôme d'habilitation à diriger des recherches.

De la caractérisation optique au champ proche électrique :
des outils au service des micro et nanotechnologies.

François BERTIN

Ingénieur chercheur au CEA-Grenoble

Université Joseph Fourier – Grenoble I
Soutenance le 30/11/2006

Membres du jury :

- | | | |
|---|--------------|------------|
| – | J. P. Aimé | rapporteur |
| – | B. Drévillon | rapporteur |
| – | K. Karraï | rapporteur |
| – | H. Courtois | examineur |
| – | S. Huant | examineur |
| – | J. Chevrier | examineur |
| – | A. Chabli | examineur |

Sommaire

<i>I Introduction</i>	<i>1</i>
<i>II Analyse par ellipsométrie spectroscopique</i>	<i>2</i>
II.1 Introduction	2
II.2 Présentation de l'ellipsométrie	2
II.3 Analyse de l'ellipsomètre imparfait	6
II.4 Analyse des données	7
II.5 Fonctions diélectriques	10
II.6 Réflectivité spéculaire de rayons X	15
II.7 Analyse de couches minces dans le spectre visible	17
II.8 Analyse des couches minces dans l'infrarouge	19
II.9 Conclusion	21
<i>III Analyse locale de propriétés électriques en champ proche</i>	<i>23</i>
III.1 Introduction	23
III.2 Présentation de la microscopie à force atomique	23
III.2.1. Système pointe-surface : régime statique	23
III.2.2. Système pointe-surface : régime dynamique	25
III.2.3. AFM : bruit thermique du levier	29
III.2.4. AFM : amortissement hydrodynamique du levier	29
III.2.5. AFM : modes d'acquisition	30
III.3 Résultats expérimentaux	31
III.3.1. Modification de pointes et de leviers	31
III.3.2. Caractérisation de charges piégées par EFM	32
III.3.3. Analyse locale du travail de sortie	34
III.3.4. Analyse locale de la densité de dopants	36
III.3.5. Mesure locale de la résistivité	39
III.4 Conclusion	40
<i>IV Perspectives</i>	<i>42</i>
IV.1 Introduction	42
IV.2 Choix de la source	43
IV.3 Choix de la sonde et détection du signal champ proche	44
IV.4 Perspectives	45

I Introduction

Durant mon parcours professionnel, j'ai changé cinq fois d'activité. L'étude des systèmes électroniques microprogrammés a fait l'objet de ma thèse, puis la cristallogenèse de l'arséniure de gallium m'a occupé pendant 9 ans ; je me suis ensuite consacré pendant 9 autres années à la caractérisation optique, puis pendant 5 ans à la caractérisation électrique en champ proche ; enfin depuis un an j'assure l'animation scientifique du laboratoire de caractérisation physique « off line ». Tous les thèmes de recherche abordés durant ces 25 années sont orthogonaux et leur présentation tiendrait au mieux d'un inventaire à la Prévert. J'ai donc pris le parti de renoncer à parler de ma thèse (ce renoncement s'est fait sans douleur car de ma thèse je ne garde qu'un vague souvenir). J'ai également renoncé à parler de cristallogenèse, ce choix a été beaucoup plus difficile ; en effet, les 9 années consacrées à la croissance Czochralski de lingots d'arséniure de gallium semi-isolants et peu disloqués ont été sans doute les plus enrichissantes mais aussi les plus difficiles de ma carrière. Après bien des hésitations, j'ai choisi de ne présenter dans ce mémoire que les méthodes de caractérisation optique et de caractérisation électrique en champ proche développées dans notre laboratoire. Savoir de quoi on va parler est une chose, reste toutefois à choisir une méthode de présentation. J'ai évité deux solutions de facilité : le « copié collé » de résultats que nous avons déjà publiés, ou la présentation de un ou deux points techniquement délicats mais n'intéressant qu'un nombre limité de spécialistes. J'ai rédigé ce mémoire comme s'il devait être lu par un jeune scientifique devant assurer la poursuite des travaux entrepris.

Ce mémoire est scindé pour l'essentiel en deux parties. La première concerne la caractérisation optique des couches minces. Je commence par décrire l'ellipsométrie, non pas comme la simple mesure de $\tan(\psi)$ et $\cos(\Delta)$, mais plutôt comme l'imbrication, à la manière des poupées russes, de méthodes de plus en plus spécifiques allant de l'ellipsométrie de Mueller à l'ellipsométrie à polariseur tournant. Cette présentation utilise le formalisme de Mueller qui permet une description élégante de la lumière partiellement polarisée. L'essentiel de ce qu'il est nécessaire de savoir pour exploiter les données est présenté, l'accent étant mis sur le choix des fonctions diélectriques et sur le traitement spécifique de la couche ultramince (d'épaisseur optique inférieure à 10 nm). La réflectivité spéculaire de rayons X constitue une méthode de caractérisation optique à part entière. Cet outil, complémentaire de l'ellipsométrie, est décrit succinctement en insistant sur le rôle essentiel des couches de transition. La caractérisation par spectrophotométrie infrarouge des couches ultraminces est un point fort de l'activité de notre laboratoire ; en outre elle constitue le pivot du projet de SNOM infrarouge qui sera décrit dans les perspectives de recherche. Cette technique ainsi que l'ellipsométrie infrarouge sont également présentées.

La deuxième partie de ce mémoire est dévolue à caractérisation électrique en champ proche. Une description succincte des différents modes d'acquisition est esquissée en prenant comme point focal le problème de l'instabilité mécanique du levier. L'analyse de l'oscillation des leviers dans un potentiel anharmonique est établie à l'aide du théorème du viriel. Enfin une analyse du bruit en champ proche est présentée en prenant comme point de départ le théorème de fluctuation dissipation. Le reste du chapitre est consacré aux applications du champ proche électrique à la détection, spatialement résolue, de charges électriques, de travaux de sortie ou encore de concentrations de porteurs dans le silicium. Pour finir, une présentation de la mesure spatialement résolue de résistivité par la méthode 4-pointes est exposée.

Je conclurai ce mémoire en présentant un projet de microscope à champ proche optique opérant dans l'infrarouge (2 – 12 μm). Ce projet constitue une synthèse des techniques de caractérisation optique et de celles utilisées en microscopie à force atomique.

II Analyse par ellipsométrie spectroscopique

II.1 Introduction

Le développement de nouveaux procédés et l'intégration de nouveaux matériaux pour l'élaboration de couches minces nécessitent le développement d'outils d'analyses physicochimiques adaptés aux films minces. Les techniques de caractérisation optique le sont particulièrement car elles sont non destructives, sans contact et relativement faciles de mise en œuvre. Dans le domaine des rayons X la mesure de la variation de la réflectivité en fonction de l'angle d'incidence permet d'obtenir la densité et l'épaisseur des couches (Kiessig 1931). L'ellipsométrie (Drude 1888) permet d'obtenir l'épaisseur et la fonction diélectrique des couches. Cette technique, étant extrêmement sensible à la présence d'une fine couche de surface, offre la possibilité de mesurer l'épaisseur optique de couches ultraminces. Enfin la spectrophotométrie infrarouge renseigne sur la position des bandes vibrationnelles du matériau. Adaptée à l'analyse des films minces, cette technique donne accès à des informations relatives aux liaisons chimiques.

Ce chapitre propose une revue de ces techniques de caractérisation. Ces méthodes seront illustrées par quelques résultats expérimentaux obtenus par notre laboratoire.

II.2 Présentation de l'ellipsométrie

L'état de polarisation d'une onde électromagnétique plane est décrit par sa matrice de polarisation \mathbf{P} ou par son vecteur de Stokes¹ \vec{S} . Lorsqu'une onde incidente de vecteur de Stokes \vec{S}_i interagit linéairement avec un milieu, le vecteur de Stokes \vec{S}_r résultant s'écrit :

$$\vec{S}_r = \mathbf{M} \cdot \vec{S}_i \quad (1.1)$$

où \mathbf{M} représente la matrice 4×4 de Mueller.

¹ La matrice de polarisation \mathbf{P} est la matrice de covariance du vecteur champ électrique \vec{E} . En posant $\vec{E} = \begin{bmatrix} E_x(t) \\ E_y(t) \end{bmatrix} e^{j\omega t}$, où $E_x(t)$ et $E_y(t)$ sont deux fonctions aléatoires de bande étroite, nous avons :

$$\mathbf{P} \equiv \langle \vec{E} \otimes \vec{E}^\dagger \rangle = \begin{pmatrix} \langle E_x \cdot E_x^* \rangle & \langle E_x \cdot E_y^* \rangle \\ \langle E_x^* \cdot E_y \rangle & \langle E_y \cdot E_y^* \rangle \end{pmatrix}.$$

Les coefficients de corrélation peuvent être organisés sous la forme du vecteur $\vec{J} \equiv \langle \vec{E} \otimes \vec{E}^* \rangle$. En pratique on lui préfère le vecteur réel de Stokes \vec{S} défini de la manière suivante :

$$\vec{S} = \begin{bmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} \equiv \frac{1}{Z_0} \begin{bmatrix} \langle E_x \cdot E_x^* \rangle + \langle E_y \cdot E_y^* \rangle \\ \langle E_x \cdot E_x^* \rangle - \langle E_y \cdot E_y^* \rangle \\ \langle E_x \cdot E_y^* \rangle + \langle E_x^* \cdot E_y \rangle \\ j \langle E_x \cdot E_y^* \rangle - j \langle E_x^* \cdot E_y \rangle \end{bmatrix} = \mathbf{A} \cdot \vec{J} \quad \text{où} \quad \mathbf{A} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & j & -j & 0 \end{bmatrix}.$$

Nous avons divisé les termes de la matrice de corrélation par l'impédance Z_0 du vide afin que l'unité du vecteur de Stokes soit des Wm^{-2} . Le taux de polarisation p de l'onde est égal à $\frac{\sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2}}{S_0}$. Si $p = 0$, l'onde est naturelle, si $p = 1$ l'onde est parfaitement polarisée, enfin pour $0 < p < 1$ l'onde est un mélange d'état naturel et strictement polarisé.

L'ellipsométrie de Mueller consiste en la mesure des 15 rapports réels M_{ij} / M_{00} [1,2]. La symétrie de \mathbf{M} reflète celle du milieu analysé [3]. Par exemple, un échantillon isotrope et non dépolarisant possède la matrice de Mueller creuse, bloc symétrique (1.6). En présence d'anisotropie naturelle ou induite (par exemple par effet piézo-optique) la matrice de Mueller est pleine et symétrique. Une condition nécessaire et suffisante pour que l'interaction ne soit pas dépolarisante est que $\text{Tr}(\mathbf{M} \cdot \mathbf{M}^t) = 4M_{00}^2$ [4]. Dans ce cas l'interaction peut être entièrement décrite par la matrice \mathbf{J} de Jones :

$$\mathbf{J} = \begin{bmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{bmatrix}. \quad (1.2)$$

Cette matrice de 2×2 éléments complexes $r_{\alpha\beta}$ et la matrice de Mueller d'un milieu non dépolarisant sont reliées par l'expression suivante [5] :

$$\mathbf{M} = \mathbf{A}(\mathbf{J} \otimes \mathbf{J}^*)\mathbf{A}^{-1}. \quad (1.3)$$

Les éléments non diagonaux r_{ps} et r_{sp} traduisent un couplage entre les états p et s. Ce couplage peut être induit, par exemple, par une anisotropie de la fonction diélectrique ou par une anisotropie morphologique. L'ellipsométrie généralisée consiste en la mesure des trois rapports complexes [5].

$$\rho \equiv \frac{r_{pp}}{r_{ss}} = \tan \Psi e^{j\Delta}, \quad \rho_{ps} \equiv \frac{r_{ps}}{r_{ss}} = \tan \Psi_{ps} e^{j\Delta_{ps}}, \quad \rho_{sp} \equiv \frac{r_{sp}}{r_{ss}} = \tan \Psi_{sp} e^{j\Delta_{sp}}. \quad (1.4)$$

Si le plan d'incidence est un plan de symétrie, les deux états propres sont linéaires et sont respectivement parallèle (p) et perpendiculaire (s) au plan d'incidence. Dans le système d'axes définis par ces états propres \mathbf{J} est diagonale² ; elle s'écrit :

$$\mathbf{J} = \begin{bmatrix} r_p & 0 \\ 0 & r_s \end{bmatrix}. \quad (1.5)$$

Les relations (1.5) et (1.3) permettent d'obtenir la matrice de Mueller d'un milieu isotrope ; nous avons :

$$\mathbf{M} = \frac{|r_p|^2 + |r_s|^2}{2} \begin{bmatrix} 1 & -\cos 2\Psi & 0 & 0 \\ -\cos 2\Psi & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sin 2\Psi \cos \Delta & \sin 2\Psi \sin \Delta \\ 0 & 0 & -\sin 2\Psi \sin \Delta & \sin 2\Psi \cos \Delta \end{bmatrix} : \rho \equiv \tan \Psi e^{j\Delta} \equiv \frac{r_p}{r_s}. \quad (1.6)$$

² Dans le système d'axes ayant tourné d'un angle θ par rapport au système d'axes propres, la matrice de Mueller \mathbf{M}_θ et la matrice de Jones \mathbf{J}_θ s'écrivent :

$$\mathbf{M}_\theta = \mathbf{R}(-\theta) \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{R}(\theta) \quad : \mathbf{R}(\theta) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(2\theta) & \sin(2\theta) & 0 \\ 0 & -\sin(2\theta) & \cos(2\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

$$\mathbf{J}_\theta = \mathbf{R}(-\theta) \cdot \mathbf{J} \cdot \mathbf{R}(\theta) \quad : \mathbf{R}(\theta) = \begin{bmatrix} \cos \theta & \sin \theta \\ -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix}.$$

L'ellipsométrie classique consiste en la mesure des angles Ψ et Δ .

Nous définirons l'ellipsométrie comme une méthode expérimentale permettant la mesure de divers éléments (ou combinaisons linéaires d'éléments) de la matrice de Mueller. Un ellipsomètre est toujours constitué :

- d'un générateur d'états de polarisation (GEP) qui produit une onde électromagnétique plane de vecteur de Stokes \vec{S}_i dont l'état de polarisation est connu ;
- d'un échantillon caractérisé de manière générale par sa matrice de Mueller \mathbf{M}^{ech} ;
- d'un analyseur d'états de polarisation (AEP).

En notant $\vec{S}^{(source)}$ le vecteur de Stokes de la source, la mesure ellipsométrique est le résultat du produit :

$$\mathcal{F} \propto \begin{bmatrix} \text{AEP}_0 & \text{AEP}_1 & \text{AEP}_2 & \text{AEP}_3 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} M_{00}^{ech} & M_{01}^{ech} & M_{02}^{ech} & M_{03}^{ech} \\ M_{10}^{ech} & M_{11}^{ech} & M_{12}^{ech} & M_{13}^{ech} \\ M_{20}^{ech} & M_{21}^{ech} & M_{22}^{ech} & M_{23}^{ech} \\ M_{30}^{ech} & M_{31}^{ech} & M_{32}^{ech} & M_{33}^{ech} \end{bmatrix} \cdot \mathbf{GEP} \cdot \begin{bmatrix} S_0^{(source)} \\ S_1^{(source)} \\ S_2^{(source)} \\ S_3^{(source)} \end{bmatrix}. \quad (1.7)$$

Physiquement, ce produit correspond à la puissance lumineuse \mathcal{F} reçue par unité de surface par le détecteur (éclairage énergétique). La valeur $S_0^{(source)}$ correspond à l'exitance énergétique émise par la source lumineuse.

L'ellipsométrie de Mueller utilise quatre états du GEP qui, après avoir été transformés linéairement par la matrice de Mueller, sont projetés sur quatre états de l'AEP. Ces 16 combinaisons permettent de caractériser complètement la matrice de Mueller. En utilisant des techniques de modulation décrites ci-après, il est possible à l'AEP ou au GEP de générer un continuum d'états. Considérons, par exemple, le cas où le GEP est un polariseur tournant à la vitesse angulaire Ω_m et où l'AEP est un analyseur fixe. Notons $\Omega_m t$ et A les angles que font les axes passants du polariseur et de l'analyseur avec le plan d'incidence. L'AEP produit une onde plane polarisée rectilignement dont l'éclairage énergétique peut être calculé, dans le cas d'un échantillon non-dépolarisant, en utilisant les relations (1.7), (1.2), (1.3) ; nous obtenons³ :

$$\mathcal{F}(t) = S_0^{(source)} \begin{bmatrix} 1 & \cos(2A) & \sin(2A) & 0 \end{bmatrix} \cdot \mathbf{A} \cdot \overbrace{\begin{bmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{bmatrix} \otimes \begin{bmatrix} r_{pp}^* & r_{ps}^* \\ r_{sp}^* & r_{ss}^* \end{bmatrix}}^{\mathbf{M}^{(ech)}} \cdot \mathbf{A}^{-1} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \cos(2\Omega_m t) \\ \sin(2\Omega_m t) \\ 0 \end{bmatrix}. \quad (1.8)$$

Nous avons supposé que l'onde, d'exitance énergétique $S_0^{(source)}$, générée par la source est *naturelle*. Le développement de la relation (1.8) montre que l'éclairage du détecteur est modulé à la fréquence $2\Omega_m$ selon :

$$\mathcal{F}(t) \propto 1 + \alpha \cos(2\Omega_m t) + \beta \sin(2\Omega_m t). \quad (1.9)$$

³ Le GEP d'un polariseur parfait est égal à $\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \mathbf{R}(-A) \cdot \mathbf{R}(A) = \begin{bmatrix} 1 & \cos(2A) & \sin(2A) & 0 \end{bmatrix}$.

$$\mathbf{M}^{(pol)} = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Les composantes de Fourier α et β sont reliées aux coefficients de la matrice de Jones selon :

$$\alpha = \frac{|\rho + \rho_{sp} \tan A|^2 - |\rho_{ps} + \tan A|^2}{|\rho + \rho_{sp} \tan A|^2 + |\rho_{ps} + \tan A|^2}, \quad \beta = \frac{2 \operatorname{Re}[(\rho + \rho_{sp} \tan A)(\rho_{ps} + \tan A)]}{|\rho + \rho_{sp} \tan A|^2 + |\rho_{ps} + \tan A|^2}. \quad (1.10)$$

Afin d'obtenir, pour une longueur d'onde donnée, les trois coefficients complexes ρ , ρ_{sp} et ρ_{ps} , il est nécessaire de mesurer au moins trois couples (α, β) selon au moins trois positions de l'analyseur. Pour un milieu isotrope, $\rho_{sp} = \rho_{ps} = 0$. Dans ces conditions les relations (1.10) s'écrivent⁴ :

$$\alpha = \frac{\tan^2 \Psi - \tan^2 A}{\tan^2 \Psi + \tan^2 A}, \quad \beta = \frac{2 \cos \Delta \tan \Psi \tan A}{\tan^2 \Psi + \tan^2 A}. \quad (1.11)$$

Les relations (1.11) s'inversent ; nous obtenons les relations classiques de l'ellipsométrie à polariseur tournant⁵ :

$$\tan \Psi = |\tan A| \sqrt{\frac{1 + \alpha}{1 - \alpha}}, \quad \cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1 - \alpha^2}} \operatorname{sgn}(A). \quad (1.12)$$

Une limitation des ellipsomètres à polariseur (ou à analyseur tournant) est qu'ils ne permettent pas d'accéder à tous les éléments de la matrice de Mueller $\mathbf{M}^{(ech)}$ de l'échantillon. En effet leurs GEP produisent des états linéaires et leurs AEP ne produisent des projections du vecteur de Stokes que sur la base des états linéaires. Les éléments M_{i3} et $M_{3i} : i = 0, \dots, 3$ n'interviennent pas dans la mesure⁶. Pour accéder à tous les éléments de $\mathbf{M}^{(ech)}$, les GEP doivent être capables de générer des états de polarisation elliptiques et les AEP doivent pouvoir projeter un vecteur de Stokes sur une base d'états elliptiques. Ceci n'est possible qu'en combinant un compensateur avec un analyseur. Considérons le cas de l'ellipsométrie à modulation de phase où l'AEP (ou le GEP) est constitué par l'association d'un polariseur et d'un compensateur. Nous noterons P et M les angles entre le plan d'incidence et respectivement l'axe passant du polariseur et l'axe rapide du compensateur. En notant δ le déphasage introduit par le compensateur et $\vec{S}^{(source)}$ le vecteur de Stokes *quelconque* de la source, nous obtenons l'expression suivante du vecteur de Stokes \vec{S}_δ de l'onde plane éclairant l'échantillon :

$$\vec{S}_\delta = \mathbf{GEP}_\delta \cdot \begin{bmatrix} S_0^{(source)} \\ S_1^{(source)} \\ S_2^{(source)} \\ S_3^{(source)} \end{bmatrix} \propto \begin{bmatrix} 1 \\ \cos(2M) \cos(2M - 2P) + \sin(2M) \sin(2M - 2P) \cos(\delta) \\ \sin(2M) \cos(2M - 2P) - \cos(2M) \sin(2M - 2P) \cos(\delta) \\ \sin(2M - 2P) \sin(\delta) \end{bmatrix}. \quad (1.13)$$

⁴ Une autre manière de procéder consiste à projeter l'état de polarisation $\mathbf{M}^{(ech)} \cdot \mathbf{GEP} \cdot \vec{S}^{(source)}$ sur un état orthogonal de l'AEP. Dans ces conditions $\mathcal{F} = [1000] \cdot \mathbf{AEP} \cdot \mathbf{M}^{(ech)} \cdot \mathbf{GEP} \cdot \vec{S}^{(source)} = 0$. Ce type d'ellipsomètre est dit à extinction.

⁵ Pour un ellipsomètre à analyseur tournant, il suffit dans les relations (1.12) de remplacer l'angle A par l'angle P entre l'axe passant du polariseur et le plan d'incidence.

⁶ Par exemple la mesure de $\sin(\Delta)$ est impossible, ce qui pose de gros problèmes pour les mesures sur corps transparents (voir § II.7).

Si le déphasage est modulé selon $\delta(t) = \mathcal{A} \sin(\Omega_e t)$ et si l'AEP est un analyseur, l'expression de l'éclairement énergétique $\mathcal{T}(t) \propto [1 \cos(2A) \sin(2A) 0] \cdot \mathbf{M}^{(ech)} \tilde{\mathbf{S}}_{\delta(t)}$ se développe sous la forme⁷ :

$$\mathcal{T}(t) \propto I_0 + I_c J_0(\mathcal{A}) + 2I_s J_1(\mathcal{A}) \sin(\Omega_e t) + 2I_c J_2(\mathcal{A}) \cos(2\Omega_e t) + \sum_{m=1}^{\infty} (\dots) \sin((2m+1)\Omega_e t) + (\dots) \cos(2(m+1)\Omega_e t) \quad (1.14)$$

où nous avons posé

$$\begin{aligned} I_0 &= 1 - \cos 2A \cos 2\Psi - \cos 2\Psi \cos 2M \cos 2(M-P) + \\ &\quad \cos 2A \cos 2M \cos 2(M-P) + \sin 2A \sin 2\Psi \cos \Delta \sin 2M \cos 2(M-P) \\ I_c &= \sin 2(M-P)(\sin 2M(\cos 2A - \cos 2\Psi) - \cos 2M \sin 2A \sin 2\Psi \cos \Delta) \\ I_s &= \sin 2(M-P) \sin 2A \sin 2\Psi \sin \Delta \end{aligned} \quad (1.15)$$

En choisissant l'amplitude \mathcal{A}_0 de modulation de sorte que $J_0(\mathcal{A}_0) = 0$, l'expression (1.14) prend la forme standard suivante :

$$\mathcal{T}(t) \propto 1 + R_{\Omega_e} \sin(\Omega_e t) + R_{2\Omega_e} \cos(2\Omega_e t) + \dots \quad : R_{\Omega_e} = 2J_1(\mathcal{A}_0) \frac{I_s}{I_0}, R_{2\Omega_e} = 2J_2(\mathcal{A}_0) \frac{I_c}{I_0}. \quad (1.16)$$

En pratique le polariseur et le compensateur sont toujours solidarisés de sorte que $M - P = \pi/4$. En utilisant diverses configurations des angles A et M , il est possible d'obtenir les quantités définies dans le tableau ci-dessous :

	A	M	mesures
Configuration I	0	0	Indépendante de l'échantillon
Configuration II	$\pi/4$	0	$\tan(\Delta), \sin^2(2\Psi)$
Configuration III	$\pi/4$	$-\pi/4$	$\sin(\Delta), \cos(2\Psi)$

Quel que soit le montage utilisé (ellipsomètre à polariseur tournant, à analyseur tournant ou à modulation de phase), la mesure est insensible à l'exitance énergétique de la source. Ceci constitue un gros avantage par rapport à la spectrophotométrie qui nécessite la mesure d'une ligne de base pour corriger la mesure de la réflectivité $R_{p,s} \equiv |r_{p,s}|^2$ de l'évolution de l'exitance $S_0^{(source)}(\lambda)$ de la source. Cette exitance dépend entre autres du temps et de la longueur d'onde λ . Néanmoins, par rapport à la présentation idéalisée que nous venons de faire, les ellipsomètres souffrent d'un certain nombre d'imperfections.

II.3 Analyse de l'ellipsomètre imparfait

Les ellipsomètres sont sujets à de nombreux défauts que nous allons brièvement analyser en remontant la chaîne de mesure du détecteur à la source lumineuse.

Le détecteur convertit l'éclairement énergétique $\mathcal{T}(t)$ en un courant électrique $\mathcal{I}(t)$. Idéalement nous devrions avoir un courant généré proportionnel à $\mathcal{T}(t)$; en réalité le

⁷ Nous utilisons les développements en série de Fourier suivants :

$$\cos(\mathcal{A} \sin(\Omega_e t)) = J_0(\mathcal{A}) + 2 \sum_{m=1}^{\infty} J_{2m}(\mathcal{A}) \cos(2m\Omega_e t) \quad \text{et} \quad \sin(\mathcal{A} \sin(\Omega_e t)) = 2 \sum_{m=0}^{\infty} J_{2m+1}(\mathcal{A}) \sin((2m+1)\Omega_e t).$$

détecteur peut être sensible à l'état de polarisation, souffrir de non-linéarité et enfin avoir une réponse dépendant de la fréquence de modulation. Dans ces conditions, l'expression d'un GEP consistant en un analyseur s'écrit en incluant le détecteur :

$$\begin{bmatrix} D_0(\Omega) & D_1(\Omega) & D_2(\Omega) & 0 \end{bmatrix} \cdot \mathbf{R}_A \cdot \mathbf{M}^{(pol)} \cdot \mathbf{R}_{-A}. \quad (1.17)$$

La relation (1.17) montre que seul l'ellipsomètre à analyseur tournant est sensible à une variation de la réponse du détecteur en fonction de l'état de polarisation. Cette dépendance crée une modulation supplémentaire de $\mathcal{J}(t)$ et introduit une composante harmonique de fréquence $4\Omega_m$ dans l'expression de $\mathcal{J}(t)$. Le gain complexe du détecteur (et de la chaîne de mesure) dépend de la fréquence. En pratique seul l'ellipsomètre à modulation de phase, qui mesure des composantes du signal à Ω_e et à $2\Omega_e$, est sensible à cette dépendance qui peut être corrigée par une méthode de calibrage appropriée [6]. Enfin la non-linéarité du détecteur nécessite un traitement spécial, elle peut être corrigée après un calibrage de la réponse du détecteur en fonction de l'exitance [7].

Les GEP et AEP sont également imparfaits ; par exemple les états propres d'un polariseur sont généralement très légèrement elliptiques. Les angles P , A , M repérant les axes propres par rapport au plan d'incidence sont entachés d'erreurs. L'alignement optique des éléments est imparfait... Dans le cas d'un ellipsomètre à polariseur tournant ces défauts introduisent une erreur $\delta\mathcal{F}(A)$ antisymétrique par rapport à la position angulaire de l'analyseur. Une manière de s'affranchir de ces défauts est d'effectuer la moyenne $(\mathcal{F}(A) + \mathcal{F}(-A))/2$ [7,8]. Les AEP et GEP peuvent aussi être non-achromatiques comme, par exemple, les compensateurs. Ces éléments nécessitent un calibrage particulier (voir § II.7).

La source de lumière peut être partiellement polarisée ; dans ces conditions, son vecteur de Stokes est la somme d'une composante naturelle et elliptique. Nous avons :

$$\tilde{\mathbf{S}}^{(source)} = \mathbf{S}_0^{(source)} \begin{bmatrix} 1-p \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} + \mathbf{S}_0^{(source)} \begin{bmatrix} p \\ p \cos(2\varepsilon) \cos(2\theta) \\ p \cos(2\varepsilon) \sin(2\theta) \\ p \sin(2\varepsilon) \end{bmatrix} \equiv \mathbf{S}_0^{(source)} \begin{bmatrix} 1 \\ \tilde{S}_1^{(source)} \\ \tilde{S}_2^{(source)} \\ \tilde{S}_3^{(source)} \end{bmatrix}. \quad (1.18)$$

Seul l'ellipsomètre à polariseur tournant est sensible à cette polarisation partielle qui introduit une modulation de l'éclairement énergétique de la source. Dans ces conditions l'expression (1.9) de l'exitance devient :

$$\mathcal{F}(t) \propto 1 + \frac{\alpha \tilde{S}_1^{(source)}}{2} + \frac{\beta \tilde{S}_2^{(source)}}{2} + (\alpha + \tilde{S}_1^{(source)}) \cos(2\Omega_m t) + (\beta + \tilde{S}_2^{(source)}) \sin(2\Omega_m t) + [\dots] \cos(4\Omega_m t) + [\dots] \sin(4\Omega_m t). \quad (1.19)$$

Il est possible de caractériser les composantes réduites $\tilde{S}_1^{(source)}$ et $\tilde{S}_2^{(source)}$ en fonction de la longueur d'onde et de corriger les coefficients de Fourier mesurés [7].

II.4 Analyse des données

Un des problèmes majeurs de l'ellipsométrie est que cette technique ne fournit pas directement des informations utiles pour le physicien ou le technologue. L'extraction des quantités pertinentes, telles que l'épaisseur des couches ou leur indice, nécessite une modélisation de l'interaction entre l'onde électromagnétique et le milieu analysé. Le modèle est décrit par un certain nombre N_{par} de paramètres a_i ajustés de sorte à minimiser, au sens

des moindres carrés, un critère χ^2 relatif à l'écart entre les valeurs ellipsométriques mesurées et modélisées. Les données ellipsométriques peuvent être acquises en fonction de l'angle d'incidence ou de la longueur d'onde. Par exemple si les données expérimentales ont été acquises par un ellipsomètre spectroscopique à polariseur (ou analyseur) tournant, le critère χ^2 s'écrit pour un nombre N_{mes} de mesures :

$$\chi^2 = \frac{1}{2N_{mes} - N_{par}} \sum_{i=1}^{N_{mes}} \left[\tan(\Psi_{exp}(\lambda_i)) - \tan(\Psi_{theo}(\lambda_i)) \right]^2 + \left[\cos(\Delta_{exp}(\lambda_i)) - \cos(\Delta_{theo}(\lambda_i)) \right]^2. \quad (1.20)$$

Les algorithmes de minimisation généralement utilisés sont standard (SIMPLEX, Levenberg-Marquard,...) ; ils n'évitent pas la possibilité de rester « piégé » dans un minimum secondaire. L'obtention d'un facteur de qualité χ^2 très faible est une condition nécessaire mais non suffisante pour que la solution soit physiquement pertinente. Les paramètres du modèle doivent également être décorrélés. Autrement dit la matrice de corrélation

$$\text{cor}_{k,l} = \frac{\text{cov}_{k,l}}{\sqrt{\text{cov}_{k,k} \text{cov}_{l,l}}} : \text{cov}_{k,l} \equiv \sum_{i=1}^{N_{mes}} \left\{ \frac{\partial \tan(\Psi_{theo}(\lambda_i; \vec{a}))}{\partial a_k} \frac{\partial \tan(\Psi_{theo}(\lambda_i; \vec{a}))}{\partial a_l} + \frac{\partial \cos(\Delta_{theo}(\lambda_i; \vec{a}))}{\partial a_k} \frac{\partial \cos(\Delta_{theo}(\lambda_i; \vec{a}))}{\partial a_l} \right\} \quad (1.21)$$

doit, idéalement, être égale à la matrice unité ($\text{cor}_{k,l} = \delta_{k,l}$)⁸.

En général le milieu peut être modélisé par un système stratifié constitué de couches isotropes d'épaisseur d_i et d'indice complexe $\hat{n}_i = n_i - jk_i \equiv \sqrt{\hat{\epsilon}_i}$. Les épaisseurs optiques $n_i d_i$ des couches sont supposées très inférieures à la longueur de cohérence de l'onde électromagnétique. Cette condition n'étant généralement pas respectée par le substrat, on élimine la réflexion sur sa face arrière. Lorsque le substrat est transparent et qu'aucun traitement ne permet de s'affranchir de la réflexion sur sa face arrière, on doit traiter un problème d'interférence d'un système d'ondes comprenant des composantes cohérentes et incohérentes.

Le calcul des coefficients de réflexion r_p et r_s d'un système stratifié, constitué de $M-1$ couches homogènes et isotropes, peut s'effectuer en utilisant le schéma itératif suivant :

$$r_i^{(s,p)} = \frac{r_{i+1}^{(s,p)} e^{-2j\Phi_i} + r_{i-1,i}^{(s,p)}}{r_{i+1}^{(s,p)} r_{i-1,i}^{(s,p)} e^{-2j\Phi_i} + 1} : \Phi_i = \frac{2\pi \hat{n}_i d_i}{\lambda} \cos \theta_i \quad : i = M-1, \dots, 1 \quad : r_M^{(s,p)} = r_{M-1,M}^{(s,p)} \quad (1.22)$$

où $r_{i,i+1}^{(s,p)}$ sont les coefficients de Fresnel⁹ à l'interface séparant les milieux i et $i+1$ et où d_i et \hat{n}_i sont respectivement l'épaisseur et l'indice de la $i^{\text{ème}}$ couche. L'angle θ_i est donné par l'invariant de Descartes $n_0 \sin \theta_0 = \hat{n}_i \sin \theta_i$ où θ_0 est l'angle d'incidence. n_0 et \hat{n}_M sont respectivement l'indice réel du milieu ambiant et l'indice du substrat.

Dans l'expression (1.22) les termes exponentiels $\exp(-2j\Phi_i)$ rendent compte du jeu d'interférence et de l'atténuation des ondes dans la multicouche. Il est essentiel de noter que pour le calcul de ρ seules les épaisseurs optiques $n_i d_i$ des couches interviennent. Cela introduit une corrélation entre l'extraction de l'épaisseur physique et celle de l'indice optique. Cette corrélation est d'autant plus importante que les épaisseurs optiques des couches sont

⁸ En pratique, on tolère des valeurs aussi importantes que $\pm 0,95$ pour les éléments non-diagonaux.

⁹ Nous avons : $r_{i,i+1}^{(s)} = \frac{-\hat{n}_{i+1} \cos \theta_{i+1} + \hat{n}_i \cos \theta_i}{\hat{n}_{i+1} \cos \theta_{i+1} + \hat{n}_i \cos \theta_i}$, $r_{i,i+1}^{(p)} = \frac{\hat{n}_{i+1} \cos \theta_i - \hat{n}_i \cos \theta_{i+1}}{\hat{n}_{i+1} \cos \theta_i + \hat{n}_i \cos \theta_{i+1}}$.

faibles. Une manière de décorréler ces quantités est de faire, dans le cas d'une couche moyennement épaisse ($d > 100$ nm) et dispersive, une mesure sur une bande spectrale importante (de $\approx 0,25$ à ≈ 2 μm). La mesure dans la zone absorbante d'une couche fine (< 10 nm) peut également permettre de lever la corrélation¹⁰.

Pour un substrat nu nous poserons :

$$\tilde{\rho} \equiv \frac{\tilde{r}_p}{\tilde{r}_s} \equiv \tan(\tilde{\Psi}) e^{j\tilde{\Delta}}. \quad (1.23)$$

La relation (1.23) s'inverse et permet d'obtenir la permittivité $\hat{\epsilon}_2$ du substrat sous la forme classique suivante :

$$\hat{\epsilon}_2 = \hat{\epsilon}_0 \sin(\theta_0) \left[1 + \left(\frac{1 - \tilde{\rho}}{1 + \tilde{\rho}} \right)^2 \tan^2(\theta_0) \right]. \quad (1.24)$$

Si le substrat est transparent, $\tilde{\rho}$ est réel et dans ce cas $\Delta = 0$ ou $\Delta = \pi$ et $\tilde{\rho}$ est réel.

En général la surface du substrat est perturbée par une fine couche de transition d'épaisseur d_1 et de permittivité relative $\hat{\epsilon}_1$. Lorsque $d \ll \lambda$, le développement, au premier ordre en d_1/λ , du rapport $\rho = r_p/r_s$ conduit à la formule classique de Drude¹¹ [9] :

$$\rho \approx \tilde{\rho} \left(1 + j \frac{4\pi d_1}{\lambda} \left(\frac{\sqrt{\hat{\epsilon}_0 \hat{\epsilon}_2}}{\hat{\epsilon}_1} \frac{(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_2)(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_0)}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0} \right) \frac{\sin \theta_0 \tan \theta_0}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0 \tan^2 \theta_0} \right). \quad (1.25)$$

La relation (1.25) permet de calculer la variation $\delta\Delta$ et $\delta\Psi$ des angles ellipsométriques Δ et Ψ , due à la présence d'une couche de transition, sous la forme suivante :

$$\delta\Delta = \frac{4\pi d_1 \sqrt{\hat{\epsilon}_0}}{\lambda} \text{Re} \left(\frac{(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_2)(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_0) \hat{\epsilon}_2}{\hat{\epsilon}_1(\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0)} \frac{\sin \theta_0 \tan \theta_0}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0 \tan^2 \theta_0} \right) + \mathcal{O} \left(\left(\frac{d_1}{\lambda} \right)^2 \right), \quad (1.26)$$

$$\delta\Psi = -\frac{2\pi d_1 \sqrt{\hat{\epsilon}_0}}{\lambda} \sin 2\tilde{\Psi} \text{Im} \left(\frac{(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_2)(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_0) \hat{\epsilon}_2}{\hat{\epsilon}_1(\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0)} \frac{\sin \theta_0 \tan \theta_0}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0 \tan^2 \theta_0} \right) + \mathcal{O} \left(\left(\frac{d_1}{\lambda} \right)^2 \right). \quad (1.27)$$

La relation (1.26) montre la grande sensibilité de l'angle ellipsométrique Δ à la présence d'une couche très mince lorsque la mesure est effectuée au voisinage de l'angle de pseudo Brewster pour lequel la valeur du dénominateur $\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0 \tan^2 \theta_B$ est minimale. Quant à l'angle Ψ , la relation (1.27) montre une insensibilité totale à une couche très mince transparente si le substrat est lui-même transparent. En outre la relation (1.26) montre que le rapport

$$\frac{\partial \delta\Delta}{\partial d_1} \bigg/ \frac{\partial \delta\Delta}{\partial n_1} \quad (1.28)$$

est indépendant de l'angle d'incidence. Des mesures à angle d'incidence variable ne permettent donc pas de décorréler l'indice de l'épaisseur.

¹⁰ Les gaps des corps transparents se situent dans l'ultra violet ($\lambda < 0,2$ μm).

¹¹ En ellipsométrie infrarouge l'usage est d'utiliser la densité optique D définie de la manière suivante :

$$D = \log \left(\frac{\rho}{\tilde{\rho}} \right) \approx j \frac{4\pi d_1}{\lambda} \left(\frac{\sqrt{\hat{\epsilon}_0 \hat{\epsilon}_2}}{\hat{\epsilon}_1} \frac{(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_2)(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_0)}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0} \right) \frac{\sin \theta_0 \tan \theta_0}{\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0 \tan^2 \theta_0}.$$

Pour un substrat transparent, à l'angle de Brewster, les expressions (1.26) et (1.27) ne sont plus correctes. Il est possible de montrer que dans ces conditions, nous avons [9] :

$$\frac{\pi}{2} - \Delta \approx \pi \frac{d_1}{\lambda} \frac{4\hat{\epsilon}_0\hat{\epsilon}_1(\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_1) + (\hat{\epsilon}_0 - \hat{\epsilon}_2)(\hat{\epsilon}_1^2 + \hat{\epsilon}_1\hat{\epsilon}_0 + \hat{\epsilon}_1\hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_0\hat{\epsilon}_2)}{\hat{\epsilon}_1(\hat{\epsilon}_0 - \hat{\epsilon}_2)\sqrt{\hat{\epsilon}_0 + \hat{\epsilon}_2}}, \quad (1.29)$$

$$\Psi \approx \pi \frac{d_1}{\lambda} \frac{\sqrt{\hat{\epsilon}_0 + \hat{\epsilon}_2}(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_0)(\hat{\epsilon}_1 - \hat{\epsilon}_2)}{\hat{\epsilon}_1(\hat{\epsilon}_0 - \hat{\epsilon}_2)}. \quad (1.30)$$

Le rapport r des relations (1.29) et (1.30) est indépendant de l'épaisseur de la couche et conduit à l'équation polynomiale suivante :

$$[3 + \hat{\epsilon}_2 - r(1 + \hat{\epsilon}_2)]\hat{\epsilon}_1^2 + [r(1 + \hat{\epsilon}_2) - 4\hat{\epsilon}_2 - 1 + \hat{\epsilon}_2^2]\hat{\epsilon}_1 + [r\hat{\epsilon}_2(1 + \hat{\epsilon}_2) + \hat{\epsilon}_2 - \hat{\epsilon}_2^2] = 0 \quad (1.31)$$

qui permet de déterminer la permittivité d'une couche mince sans avoir à en connaître l'épaisseur.

Lorsque $|\hat{\epsilon}_2| \gg 1$ (substrat métallique ou semi-conducteur) et que $d/\lambda \ll 1$, la réflectivité R_p s'écrit :

$$R_p \approx \frac{\cos(\theta_0) - 4\pi(d_1/\lambda)\sin^2(\theta_0)n_0^3\text{Im}(1/\hat{\epsilon}_1)}{\cos(\theta_0) + 4\pi(d_1/\lambda)\sin^2(\theta_0)n_0^3\text{Im}(1/\hat{\epsilon}_1)}. \quad (1.32)$$

Cette relation montre que les propriétés optiques du substrat n'interviennent plus et que, si la couche est transparente, la réflectivité est égale à l'unité. La réflectivité s'annule pour l'épaisseur de Berreman¹². Lorsque l'absorption de la couche est faible, l'expression (1.32) se simplifie ; nous avons :

$$R_p \approx 1 - 4 \frac{\sin^2(\theta_0)}{\cos(\theta_0)} \frac{n_0^3}{n_1^3} \alpha_1 d_1 \quad : \alpha \equiv \frac{4\pi k}{\lambda}. \quad (1.33)$$

La relation (1.33) montre que la réflectivité R_p passe par un minimum piqué lorsque la partie réelle n_1 de l'indice de la couche s'annule. La réflectivité R_s tend vers l'unité. Ainsi, seule la composante p du champ électrique est efficace pour la mesure du coefficient d'absorption de la couche. La valeur de $\tan(\Psi) \approx \sqrt{R_p}$ passe par un minimum lorsque $n_1 = 0$.

II.5 Fonctions diélectriques

La mise en œuvre de l'extraction des données telle qu'elle a été présentée précédemment (§ II.4), nécessite des lois permettant le calcul des fonctions diélectriques $\hat{\epsilon}_i(\omega)$. L'interaction entre l'onde électromagnétique et la matière est entièrement décrite par la susceptibilité $\chi(\omega) = \chi'(\omega) - j\chi''(\omega)$. La causalité impose que $\chi'(\omega)$ soit la transformée de Hilbert de $\chi''(\omega)$; soit :

¹² Bien entendu cette épaisseur est égale à $d_{Ber} = \frac{\lambda}{4\pi} \frac{\cos \theta_0}{\sin^2 \theta_0} \frac{1}{n_0^3 \text{Im}(1/\epsilon_1)}$.

$$\chi'(\omega) = \frac{1}{\pi} \mathcal{P} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\chi''(\omega')}{\omega' - \omega} d\omega', \quad \chi''(\omega) = -\frac{1}{\pi} \mathcal{P} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\chi'(\omega')}{\omega' - \omega} d\omega'. \quad (1.34)$$

En utilisant la symétrie hermitique $\chi(-\omega) = \chi^*(\omega)$, la partie réelle et la partie imaginaire de la permittivité relative $\hat{\epsilon}(\omega) = 1 + \chi(\omega)$ sont reliées par les relations de Kramers-Kronig :

$$\hat{\epsilon}'(\omega) = 1 + \frac{2}{\pi} \mathcal{P} \int_0^{\infty} \frac{\omega' \hat{\epsilon}''(\omega')}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega', \quad \hat{\epsilon}''(\omega) = -\frac{2}{\pi} \mathcal{P} \int_0^{\infty} \frac{\omega' (\hat{\epsilon}'(\omega') - 1)}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega' + \frac{\sigma_0}{\omega \epsilon_0}. \quad (1.35)$$

La relation (1.35) permet d'obtenir la constante diélectrique $\epsilon(0)$ sous la forme suivante :

$$\epsilon(0) = \epsilon_0 \left(1 + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\hat{\epsilon}''(\omega')}{\omega'} d\omega' \right). \quad (1.36)$$

La fonction $\hat{\epsilon}''(\omega)$ est reliée au processus de dissipation. Elle se présente sous la forme de bandes d'absorption localisées autour de fréquences ω_{0i} . Chacune de ces fréquences correspond à la mise en résonance, par l'onde électromagnétique, d'un mode résonnant particulier (excitation des modes vibration moléculaire dans l'IR, transition inter et intrabande dans l'UV et le visible...). Pour une fréquence de l'onde électromagnétique située loin des bandes d'absorption ($\omega \gg \omega_{0i}$), le milieu peut être considéré comme transparent. La partie réelle de la permittivité se déduit facilement des relations de dispersion (1.35) sous la forme de l'expression classique de Sellmeier :

$$\hat{\epsilon}'_{\text{Sell}}(\omega) = \epsilon_{\infty} + \sum_{i=1}^{N_{\text{osc}}} \frac{A_i}{\omega_{0i}^2 - \omega^2}. \quad (1.37)$$

Dans la relation (1.37), la sommation s'effectue uniquement sur les bandes d'absorption les plus proches. Le terme ϵ_{∞} prend en compte les contributions des bandes d'absorption très éloignées de ω .

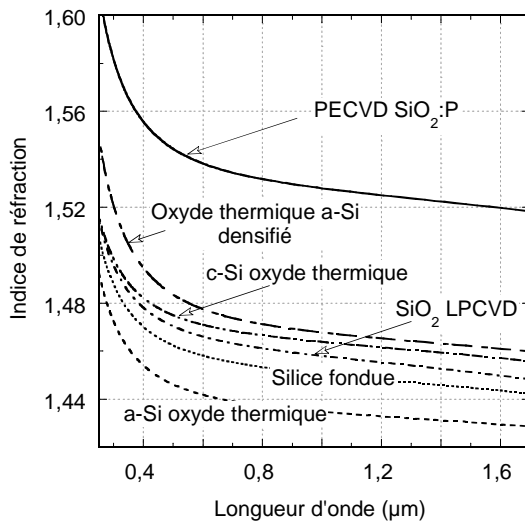


Fig. II-1 : Représentation de l'indice de réfraction de différentes silices élaborées au LETI. L'indice a été obtenu par ellipsométrie spectroscopique. La courbure positive de la courbe de dispersion dans le proche UV est due aux transitions bande de valence- bande de conduction. Cette absorption est modélisée par deux oscillateurs placés dans l'UV à $E_1 \approx 18$ eV et à $E_2 \approx 11$ eV. La courbure négative de la loi de dispersion dans le proche IR est due aux vibrations moléculaires de la silice. Cette absorption est modélisée par un oscillateur placé dans l'IR à $E_3 \approx 0,1253$ eV.

Par exemple la relation (1.37) peut être utilisée pour modéliser la permittivité de la silice (Fig. II-1). Deux oscillateurs placés dans l'UV prennent en compte les transitions interbandes et un oscillateur placé dans l'IR prend en compte les vibrations moléculaires de la silice¹³.

Près des bandes d'absorption ou dans celles-ci, la connaissance du mode d'interaction est nécessaire. Ces processus sont résonnants et ils sont convenablement décrits par la réponse d'une somme d'oscillateurs harmoniques¹⁴

$$\hat{\epsilon}_{osc}(\omega) = \hat{\epsilon}_{\infty} + \sum_{i=1}^{N_{osc}} \frac{A_i}{\omega_{0i}^2 - \omega^2 + 2j\Gamma_i\omega} = \hat{\epsilon}_{\infty} + \sum_{i=1}^{N_{osc}} \frac{A_i(\omega_{0i}^2 - \omega^2)}{(\omega_{0i}^2 - \omega^2)^2 + 4\Gamma_i^2\omega^2} - j \sum_{i=1}^{N_{osc}} \frac{2A_i\Gamma_i\omega}{(\omega_{0i}^2 - \omega^2)^2 + 4\Gamma_i^2\omega^2}. \quad (1.38)$$

Dans la relation (1.38), ω_{0i} représente la fréquence de résonance, A_i est relié à la force de l'oscillateur et Γ_i est le coefficient d'amortissement du $i^{\text{ème}}$ oscillateur.

Lorsque l'onde électromagnétique interagit avec un plasma, les porteurs libres sont excités. Dans l'hypothèse du temps de relaxation, la conductivité $\sigma(\omega)$ s'écrit :

$$\sigma(\omega) = \frac{ne^2\tau}{m^*} \frac{1}{1 + j\omega\tau} \quad ; \quad \vec{j}(\omega) = \sigma(\omega) \vec{E}(\omega) \quad (1.39)$$

où n est le nombre de porteurs par unité de volume, m^* leur masse effective et τ la constante de relaxation. En portant (1.39) dans l'équation de Maxwell $\vec{\nabla} \times \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{j}$, nous retrouvons, en régime harmonique, la formule de Drude :

$$\hat{\epsilon}_{Drude} = \hat{\epsilon}_{\infty} - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \frac{j\omega\tau}{1 + j\omega\tau} \quad ; \quad \omega_p = \sqrt{\frac{ne^2}{\epsilon_0 m^*}}. \quad (1.40)$$

La fréquence plasma ω_p dépend de la concentration n de porteurs libres et de leur masse effective m^* . Dans le silicium dopé la fréquence plasma se situe dans l'IR. La formule de Drude permet de décrire le comportement général de la permittivité dans la limite où $\lambda \rightarrow 0$. Le principe d'inertie impose que seuls les électrons (liés ou non) participent à l'interaction. Dans ces conditions la relation (1.40) permet d'obtenir¹⁵ :

$$\hat{\epsilon}_{rx}(\omega) \xrightarrow{\omega \rightarrow \infty} 1 - \frac{n_{elec}e^2}{\epsilon_0 m_e} \frac{1}{\omega^2} \frac{j\omega\tau}{1 + j\omega\tau}, \quad \hat{n} = 1 - \delta - j\beta \quad (1.41)$$

où n_{elec} est la densité électronique du matériau et où m_e est la masse de l'électron. En pratique $\delta \approx 10^{-5}$ et $\beta \approx 10^{-7}$: ainsi l'indice de réfraction $n = 1 - \delta$ est très proche de l'unité par valeur inférieure.

¹³ Les bandes d'absorption de la silice sont situées à 1050 cm⁻¹ (stretching TO), 1250 cm⁻¹ (stretching LO), 805 cm⁻¹ (bending).

¹⁴ Pour tenir compte du désordre, il est possible de prendre une densité continue d'oscillateurs harmoniques dont les forces $A(\omega)$ sont distribuées selon une distribution gaussienne centrée autour de ω_0 avec un écart quadratique

σ . Dans ces conditions nous avons : $\epsilon_{osc_gaussien}(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp\left(-\frac{(\omega' - \omega_0)^2}{2\sigma^2}\right) \frac{A_i}{\omega^2 - \omega'^2 + 2j\omega\Gamma} d\omega'$.

¹⁵ Les relations (1.41) et (1.35) permettent d'obtenir la règle des sommes suivante : $\int_0^{\infty} \omega' \epsilon''(\omega') d\omega' = \frac{\pi}{2} \omega_p^2$.

Dans un semi-conducteur non dopé l'absorption est causée par les transitions d'électrons de la bande de valence vers la bande de conduction. En présence d'une onde électromagnétique plane, l'hamiltonien (linéarisé) d'un électron de masse effective m^* , dans une structure périodique, s'écrit [10] :

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}_{\text{réseau}} + \mathcal{H}_{\text{perturb}} \quad : \quad \mathcal{H}_{\text{perturb}} = -j \frac{e\hbar}{m^*} A \vec{a}_0 \cdot \vec{\nabla}_{\vec{r}} \quad (1.42)$$

où $\vec{A} = A \vec{a}_0 \cos(\omega t - \vec{q} \cdot \vec{r})$ représente le potentiel vecteur de l'onde électromagnétique plane dont l'état de polarisation est fixé par le vecteur unitaire \vec{a}_0 avec $\vec{a}_0 \cdot \vec{a}_0 = 1$ et $\vec{a}_0 \perp \vec{q}$. Le terme $\mathcal{H}_{\text{perturb}}$ dans l'expression (1.42) peut être traité comme une perturbation. Dans un semi-conducteur à gap direct, l'application de la règle d'or de Fermi conduit à l'expression classique suivante [10] :

$$\hat{\epsilon}_{sc}''(\omega) = \frac{e^2}{4\pi^2 \epsilon_0 m^{*2} \omega^2} \int d^3k |\vec{a}_0 \cdot \vec{p}_{ij}|^2 \delta(E_c(\vec{k}) - E_v(\vec{k}) - \hbar\omega). \quad (1.43)$$

Dans la relation (1.43) \vec{p}_{ij} représente les éléments matriciels de l'opérateur impulsion :

$$\vec{p}_{ij} = -j \frac{\hbar}{V_{\text{cell}}} \int_{V_{\text{cell}}} u_c^*(\vec{r}) \vec{\nabla}_{\vec{r}} u_v(\vec{r}) d^3r \quad (1.44)$$

où nous avons noté $u_v(\vec{r}; \vec{k}_v)$ et $u_c(\vec{r}; \vec{k}_c)$ les parties périodiques des fonctions de Bloch d'un électron dans la bande de valence et dans la bande de conduction. V_{cell} est le volume d'une maille élémentaire dans l'espace direct. La relation (1.43) peut se réécrire sous la forme [10]

$$\hat{\epsilon}_{sc}''(\omega) = \frac{e^2}{4\pi^2 \epsilon_0 m^{*2} \omega^2} \int_{E_c(\vec{k}) - E_v(\vec{k}) = \hbar\omega} |\vec{a}_0 \cdot \vec{p}_{ij}|^2 \frac{dS_{\vec{k}}}{|\nabla_{\vec{k}}(E_c(\vec{k}) - E_v(\vec{k}))|} \quad (1.45)$$

où $S_{\vec{k}}$ est une surface d'énergie constante définie par $E_c(\vec{k}) - E_v(\vec{k}) = \text{const}$. La relation (1.45) montre qu'aux points critiques E_c définis par $|\nabla_{\vec{k}}(E_c(\vec{k}) - E_v(\vec{k}))| = 0$, l'absorption est exaltée. Avec l'hypothèse de bandes paraboliques et isotropes la relation (1.43) s'intègre ; nous obtenons la loi de Tauc¹⁶ :

$$\begin{aligned} \hat{\epsilon}_{Tauc_c}''(E > E_g) &= A_T \frac{(E - E_g)^{1/2}}{E^2}, \\ \hat{\epsilon}_{Tauc_c}''(E \leq E_g) &= 0. \end{aligned} \quad (1.46)$$

Pour un semi-conducteur amorphe les règles de sélection imposées par la symétrie du cristal sont relaxées et les fonctions d'onde ne sont plus des fonctions de Bloch. Dans ces conditions la loi de Tauc devient :

¹⁶ Dans un semi-conducteur, le coefficient d'absorption α_{Tauc} s'écrit $\alpha_{Tauc} \propto (E - E_g)^{1/2}$. La plupart du temps nous avons $\alpha_{Tauc}(\text{cm}^{-1}) \propto 4 \cdot 10^4 [(E - E_g)(\text{eV})]^{1/2}$.

$$\begin{aligned}\hat{\epsilon}_{Tauc_a}''(E > E_g) &= A_T \frac{(E - E_g)^2}{E^2}, \\ \hat{\epsilon}_{Tauc_a}''(E \leq E_g) &= 0.\end{aligned}\quad (1.47)$$

Pour modéliser la permittivité de semi-conducteurs nous pouvons utiliser une somme d'oscillateurs en plaçant leur résonance aux points critiques. Pour des photons d'énergie $\hbar\omega$ proche de celle E_g du gap, l'absorption est décrite par une loi de Tauc. Nous avons :

$$\begin{cases} \hat{\epsilon}_{LB}''(E \geq E_i) = (A + BE) \hat{\epsilon}_{Tauc_c}''(E) \\ \hat{\epsilon}_{LB}''(E \leq E_i) = \hat{\epsilon}_{osc}''(E) \end{cases} : \hat{\epsilon}_{LB}''(E_i^+) = \hat{\epsilon}_{LB}''(E_i^-), \frac{\partial \hat{\epsilon}_{LB}''(E_i^+)}{\partial E} = \frac{\partial \hat{\epsilon}_{LB}''(E_i^-)}{\partial E}. \quad (1.48)$$

Les lois d'oscillateur et de Tauc se raccordent en valeur et en dérivée au point d'énergie E_i . La partie réelle de la permittivité s'obtient en appliquant les relations de dispersion (1.35), les expressions analytiques sont données dans la référence [7]. La Fig. II-2 présente un exemple de la permittivité mesurée et ajustée du $Cd_{1-x}Mn_xTe$ en fonction du taux de manganèse [7,11].

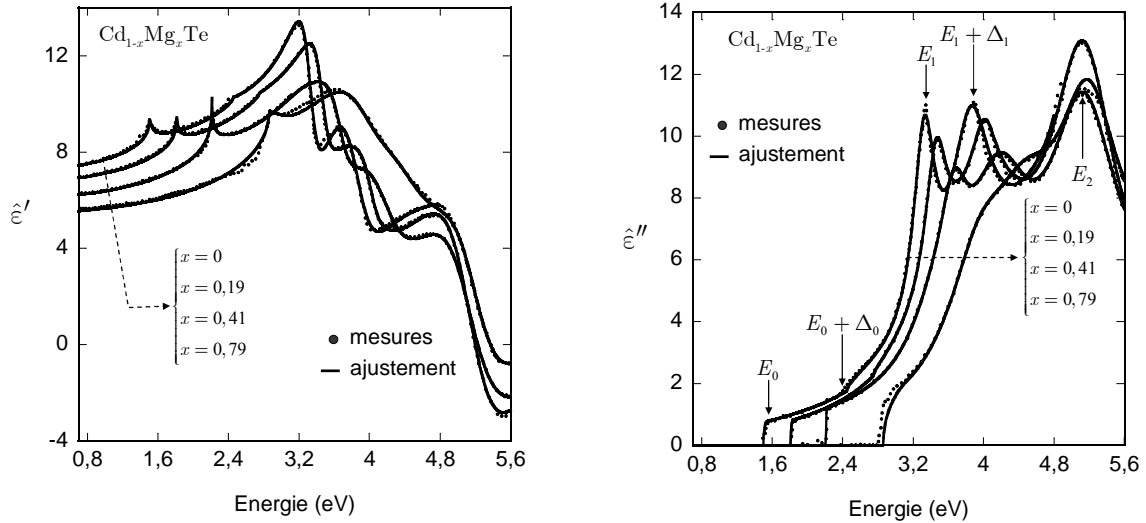


Fig. II-2 : Exemple de la permittivité mesurée par ES sur des semi-conducteurs $Cd_{1-x}Mn_xTe$ pour $x=0, 0,19, 0,41, 0,79$. Les points expérimentaux ont été obtenus en utilisant la formule d'inversion (1.24). Les courbes théoriques ont été obtenues en ajustant les paramètres d'une loi d'oscillateurs tronqués (1.48). Les valeurs du gap E_g , de l'énergie E_i de raccordement et des paramètres des 5 oscillateurs ont été obtenues par une régression non-linéaire et sont données dans la référence [7].

Les matériaux amorphes n'ont plus de structure de bande et ne possèdent plus de point critique. Aujourd'hui le modèle le plus utilisé est celui de Tauc-Lorentz¹⁷ [12] où $\hat{\epsilon}_{TL}'' = \hat{\epsilon}_{Tauc_a}'' \cdot \hat{\epsilon}_{osc}''$ est le produit de la loi de Tauc (1.47) par une loi d'oscillateur (1.38). Si nous ne considérons qu'un seul oscillateur, nous avons :

$$\begin{aligned}\hat{\epsilon}_{TL}''(E) &= \frac{AE_0C(E - E_g)^2}{(E^2 - E_0^2)^2 + C^2E^2} \frac{1}{E} : E > E_g, \\ \hat{\epsilon}_{TL}''(E) &= 0 : E \leq E_g.\end{aligned}\quad (1.49)$$

La partie réelle de la permittivité s'obtient en appliquant les relations de dispersion (1.35)

¹⁷ Ce modèle est très proche de celui des oscillateurs tronqués défini par la relation (1.48). L'implémentation algorithmique de la loi de Tauc-Lorentz est beaucoup plus simple que celle des oscillateurs tronqués.

$$\hat{\epsilon}'_{TL}(E) = \hat{\epsilon}'(\infty) + \frac{2}{\pi} \mathcal{P} \int_{E_g}^{\infty} \frac{E' \hat{\epsilon}''_{TL}(E')}{E'^2 - E^2} dE'. \quad (1.50)$$

L'expression (1.50) possède une expression analytique¹⁸ [13].

Nous avons appliqué avec succès le modèle de Tauc-Lorentz pour décrire la permittivité de nombreux matériaux amorphes tels que a-Si, Si₃N₄, HfO₂, a-C. En particulier nous avons étudié l'évolution de la permittivité du Ge₂Sb₂Te₅ en fonction de la température [14]. La permittivité du Ge₂Sb₂Te₅ a été modélisée par des lois de Tauc-Lorentz (Fig. II-3).

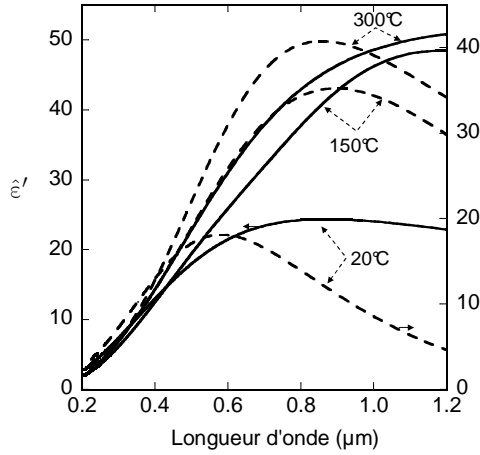


Fig. II-3 : Evolution de la permittivité, modélisée par une loi de Tauc-Lorentz, du Ge₂Sb₂Te₅ en fonction de la température (le Ge₂Sb₂Te₅ est un matériau dit à changement de phase utilisé pour le stockage de l'information). Les mesures ont été faites sous un flux d'argon sur une structure ZnS-SiO₂/Ge₂Sb₂Te₅/ZnS-SiO₂/Si. Le calcul de la permittivité du Ge₂Sb₂Te₅ prend en compte l'évolution avec la température de la permittivité du ZnS-SiO₂ et du silicium (les pics de structure du silicium se déplacent vers le rouge avec l'augmentation de la température).

Enfin nous avons souvent à traiter des couches constituées de plusieurs phases. Lorsque les dimensions caractéristiques des inclusions sont faibles par rapport à la longueur d'onde et si les inclusions ne sont pas spatialement organisées, il est possible de calculer la permittivité du milieu composite à l'aide d'une loi de mélange. Si le milieu est composé de deux phases de permittivité $\hat{\epsilon}_a$ et $\hat{\epsilon}_b$ et de densité volumique v_a et v_b , la permittivité $\hat{\epsilon}_m$ du milieu composite s'exprime sous la forme générique suivante [15] :

$$\frac{\hat{\epsilon}_m - \hat{\epsilon}_h}{\hat{\epsilon}_m + 2\hat{\epsilon}_h} = v_a \frac{\hat{\epsilon}_a - \hat{\epsilon}_h}{\hat{\epsilon}_a + 2\hat{\epsilon}_h} + v_b \frac{\hat{\epsilon}_b - \hat{\epsilon}_h}{\hat{\epsilon}_b + 2\hat{\epsilon}_h} \quad (1.51)$$

où la permittivité $\hat{\epsilon}_h$ peut être égale soit à 1 (loi de Lorentz-Lorenz), soit à $\hat{\epsilon}_a$ ou à $\hat{\epsilon}_b$ (loi de Maxwell-Garnett), soit à $\hat{\epsilon}_m$ (loi de Bruggeman). Ces lois peuvent être utilisées pour modéliser la rugosité de surface ou d'interface [15], pour étudier des inclusions de nodules dans des couches d'oxydes minces [16], pour modéliser les couches poreuses [17] ou possédant un gradient d'indice [7].

II.6 Réflectivité spéculaire de rayons X

La mesure indépendante de l'épaisseur d et de l'indice $n(\lambda)$ d'une couche transparente par ellipsométrie spectroscopique est délicate. En effet d et la composante continue de $n(\lambda)$ sont fortement corrélées. La réflectivité spéculaire de rayons X (RSRX) est une technique qui permet d'obtenir l'épaisseur de couches de matériaux non nécessairement optiquement transparents. La raison en est que, dans le domaine des rayons X, l'indice $\hat{n} = 1 - \delta - j\beta$ des

¹⁸ L'extension de la loi de Tauc-Lorentz au cas de plusieurs oscillateurs est triviale. Cette extension est aujourd'hui utilisée pour modéliser la permittivité du HfO₂ dans l'UV.

corps est très proche de l'unité (voir § II.5) et que, grâce à la petitesse de β , les ondes pénètrent profondément dans le matériau. Le fait de travailler avec des indices proches de l'unité impose d'utiliser des angles d'incidence θ_0 rasants. Pour des raisons de commodité on préfère parler d'angle d'attaque φ où $\varphi \equiv \pi/2 - \theta_0$. La densité électronique d'un solide étant toujours supérieure à celle de l'air ($\delta_{\text{air}} < \delta_{\text{solide}}$), il existe un angle critique¹⁹ $\varphi_c \approx \sqrt{2\delta_{\text{solide}}}$ (Fig. II-4). Cette valeur est directement reliée à la densité électronique du solide et, dans la mesure où la composition chimique de la couche est connue, il est possible d'obtenir la densité volumique de couches minces. Au-delà de l'angle critique, une couche mince transparente sur un substrat transparent conduit à l'expression suivante de la réflectivité :

$$R(\varphi) = \frac{1}{16\varphi^4} \left[8\delta_1^2 + 4\delta_2^2 - 8\delta_1\delta_2 + 8\delta_1(\delta_2 - \delta_1)\cos\left(\frac{4\pi d_1\varphi}{\lambda}\right) \right] : \varphi \gg \varphi_c \quad (1.52)$$

où d_1 et $n_1 = 1 - \delta_1$ sont respectivement l'épaisseur et l'indice de réfraction de la couche et où $n_2 = 1 - \delta_2$ est l'indice de réfraction du substrat. La Fig. II-4 montre le diagramme de réflectivité $R(\varphi)$ obtenu sur une couche de SiON, de 21 nm d'épaisseur, déposée sur un substrat de silicium. L'expression (1.52) montre que :

- le contraste des franges d'interférence est proportionnel au contraste des densités électroniques de la couche et du substrat. En particulier le silicium et l'oxyde de silicium possèdent des densités électroniques très proches, ce qui conduit à des franges peu contrastées.

- l'écart angulaire $\Delta\varphi$ entre deux maxima de la réflectivité normalisée $\tilde{R} \equiv \varphi^4 R$ est relié à l'épaisseur de la couche selon : $d_1 = \lambda / (2\Delta\varphi)$. La RSRX permet donc la mesure de l'épaisseur de couche.

- la réflectivité subit une décroissance rapide (en φ^{-4}) au-delà de l'angle critique. Cette décroissance limite la mesure de l'épaisseur des couches à des valeurs supérieures à quelques nanomètres. La divergence du faisceau limite la mesure de l'épaisseur des couches à des valeurs inférieures à quelques centaines de nanomètres.

La RSRX est extrêmement sensible aux couches de transition présentes à la surface et aux interfaces. En incidence rasante, l'équation de propagation des ondes p et s dégénère en une équation de Helmholtz. Pour divers profils d'indice, la résolution de l'équation de Helmholtz permet d'obtenir une forme analytique de la réflectivité [18]. A titre d'exemple, le profil $\delta(z) = 1 - (1 - \delta_+ - j\beta_+)(1 + \tanh(z/2L))/2$ est susceptible d'un traitement analytique complet [19] ; nous obtenons :

$$R(\varphi \gg \varphi_c) = \left(\frac{\sin(\varphi_c)}{2\sin(\varphi)} \right)^4 \left(\frac{\pi^2 L}{\lambda} \varphi \right) e^{-4\pi L q_z} : k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}, q_z = k_0 \sin(\varphi). \quad (1.53)$$

Un calcul de perturbation (approximation de Born [20]) permet un calcul direct de l'influence de la couche sur la réflectivité ; nous avons :

$$R(\varphi) = \frac{4k_0^4}{q_z^4} \left| \int \frac{d\delta(z')}{dz'} e^{-jq_z z'} dz' \right|^2. \quad (1.54)$$

¹⁹ L'angle critique n'est défini que dans la mesure où l'absorption des milieux est nulle. En présence d'absorption la réflectivité ne présente plus un point anguleux mais une transition douce au voisinage de l'angle critique φ_c .

Appliquée au profil standard²⁰ $\delta(z) = \delta_+ (1 + \operatorname{erf}(z/\sqrt{2\sigma})) / 2$, l'approximation de Born conduit à l'expression suivante de la réflectivité :

$$R(\varphi \gg \varphi_c) = \left(\frac{\sin(\varphi_c)}{2 \sin(\varphi)} \right)^4 e^{-\sigma^2 q_z^2}. \quad (1.55)$$

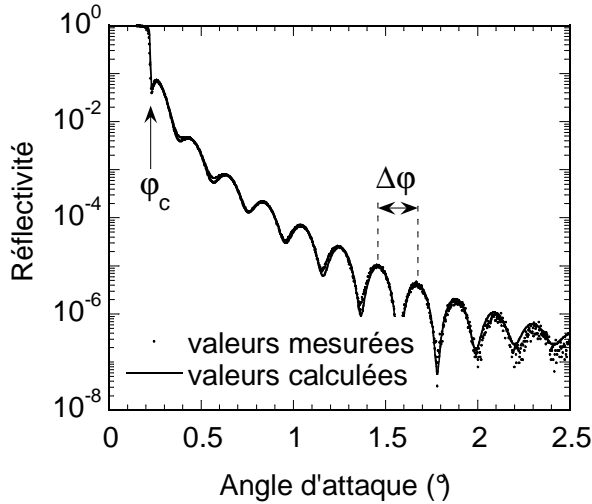


Fig. II-4 : Exemple d'un diagramme de réflectivité spéculaire de rayons X (RSRX) obtenu sur la structure SiON (21 nm)/Si. La raie K_α (0,154 nm) du cuivre a été utilisée. La structure a été résolue en rajoutant une couche de transition de $\sigma=1$ nm à la surface et une couche de SiO₂ de 1 nm à l'interface.

La couche de transition crée une adaptation d'impédance qui diminue notablement la réflectivité et ce d'autant plus que l'extension spatiale de cette couche est importante. Lorsque les zones d'extension spatiale sont trop importantes, les interférences ne sont plus mesurables. L'ellipsométrie spectroscopique (ES) et la réflectivité spéculaire de rayons X ne sont pas sensibles de la même manière à la présence d'une couche de transition. Ceci est dû à la différence des longueurs d'onde utilisées (de l'ordre du dixième de nanomètre en RSRX et de l'ordre de quelques centaines de nanomètres pour l'ES) et au fait que la RSRX est sensible à la densité électronique, alors que l'ellipsométrie est sensible à l'indice de la couche. La couche de transition peut être due à la présence de rugosité [18], d'une oxydation de la surface, d'une couche de « pollution ». Pour la mesure de l'indice de réfraction $n(\lambda)$ par ES de couches transparentes et dont l'épaisseur d est faible ($d < 10$ nm), la valeur de d mesurée par RSRX permet d'obtenir $n(\lambda)$ sans ambiguïté [21,22].

II.7 Analyse de couches minces dans le spectre visible

Nous avons utilisé l'ES pour de multiples applications couvrant les domaines de la métallurgie, de l'optronique et de la microélectronique. Nous proposons une brève revue des résultats obtenus. Souvent ces études ont nécessité la mise en place d'instrumentations spécifiques que nous ne décrirons pas.

Analyse de couches minces sur substrats absorbants : en optronique la connaissance des indices de réfraction est nécessaire pour la synthèse et la réalisation de filtres optiques à gradient d'indice (filtre rugate) [7] ou réalisés par des empilements de couches possédant alternativement un haut et un bas indice. Dans ce cadre nous avons tout

²⁰ La fonction $\operatorname{erf}(z)$ est définie selon : $\frac{1}{2} \left(1 + \operatorname{erf} \left(\frac{z-m}{\sqrt{2\sigma}} \right) \right) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^z \exp \left(-\frac{(t-m)^2}{2\sigma^2} \right) dt$.

particulièrement étudié les indices de fluorures tels que HfO_2 et MgF_2 [23]. Les matériaux à changement de phase, tel que $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$, sont utilisés pour le stockage de l'information. L'ES permet de mesurer une propriété importante de ces matériaux à savoir l'évolution de leur permittivité en fonction de la température [14] (voir II.5). Dans le cadre de projets variés l'indice de réfraction de couches minces de nombreux matériaux (CeO_2 [21], a-C [24]) a également été étudié.

Analyse de couches minces transparentes sur substrats transparents : La mesure par ES à polariseur (ou analyseur) tournant des propriétés optiques d'une couche mince transparente sur un substrat transparent est délicate. En effet, dans ces conditions, $\cos(\Delta) \approx 1$ et la mesure est peu sensible à un écart $\delta\Delta$. De manière à optimiser la sensibilité à la mesure de l'angle Δ , il est nécessaire de mesurer $\sin(\Delta)$. Ceci est possible en introduisant dans le GEP (ou dans l'AEP) un prisme de Fresnel (Fig. II-5) qui introduit un déphasage $\delta \approx 90^\circ$ entre les composantes p et s du faisceau incident (ou réfléchi).

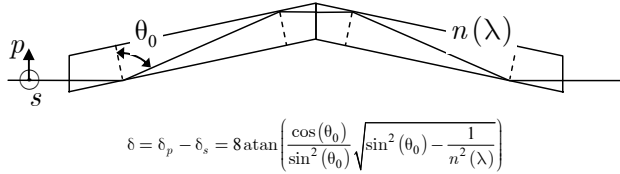


Fig. II-5 : Schéma de principe d'un prisme de Fresnel. Quatre réflexions totales génèrent une différence de phase $\delta = \delta_p - \delta_s \approx \pi/2$ entre les composantes p et s de l'onde électromagnétique. Pour un prisme en silice (BK7), $\delta \approx \pi/2$ pour $\theta_0 \approx 74^\circ$. La dispersion de l'indice dans le visible entraîne une variation de quelques degrés de δ .

Après avoir convenablement calibré le prisme de Fresnel pour corriger la dépendance résiduelle de δ avec la longueur d'onde, il est possible en couplant les mesures ES et RSRX de mesurer les propriétés optiques de films minces transparents [22].

Ellipsométrie porosimétrique (EP) : Nous avons également utilisé l'ES pour la mesure de porosité de matériaux de faible constante diélectrique [17]. Plus spécifiquement, l'ellipsométrie porosimétrique (EP) mesure l'évolution de la permittivité d'une couche poreuse en fonction de la pression partielle d'un solvant (éthanol, alcool isopropylique, méthanol, toluène). Pour chaque pression partielle P/P_s , l'application d'une loi de mélange permet le calcul de la densité volumique de solvant adsorbé dans les pores. La mesure de la permittivité de la couche en fin d'adsorption sous pression de vapeur saturante permet d'obtenir la densité volumique de porosité ouverte. La première mesure, effectuée sous vide, permet si la permittivité du squelette est connue, d'extraire la densité volumique de porosité totale (ouverte et fermée). Pour des matériaux mésoporeux (dont les rayons de pore sont supérieurs à 1 nm), l'application de la loi de Kelvin²¹ permet d'obtenir la distribution de taille des pores selon la procédure décrite dans la référence [17]. La cinétique de remplissage et de vidage des pores étant différente, un cycle d'adsorption-désorption peut conduire à un comportement hystérétique de l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la pression partielle de solvant.

²¹ Le rayon de courbure moyen r_m des pores et la pression relative P/P_s du solvant sont reliés par la loi de Kelvin $\frac{1}{r_m} = \frac{-RT}{\gamma v_l \cos(\theta)} \ln \frac{P}{P_s}$, où γ est l'énergie de surface du solvant, θ son angle de mouillage et v_l le volume molaire du solvant.

II.8 Analyse des couches minces dans l'infrarouge

La spectroscopie IR est une méthode de caractérisation physico-chimique des modes de vibration. Cette technique utilise un spectrophotomètre à transformée de Fourier (FTIR). L'analyse des couches ultraminces nécessite d'exalter leur influence sur les coefficients de réflexion $r_{p,s}$ ou sur les réflectivités $R_{p,s}$. A cette fin plusieurs configurations peuvent être implémentées sur un FTIR. Nous en décrivons trois dont deux sont utilisées dans notre laboratoire.

Le PMIRRAS (Polarization Modulation Infra Red Reflection Absorption) est constitué d'un GEP à modulation de phase, de l'échantillon et d'un détecteur IR. Le PMIRRAS mesure le rapport des réflectivités²²

$$\frac{R_p - R_s}{R_p + R_s} = -\frac{A_2/A_0}{2J_2(\mathcal{A}) + J_0(\mathcal{A}) A_2/A_0} \quad \text{où } \mathcal{F}(t) \propto A_0 + A_2 \cos(2\Omega_e t). \quad (1.56)$$

Lorsque le substrat possède une permittivité très supérieure à celle de la couche, l'effet de la composante p de l'onde est exalté par rapport à celui de la composante s. Dans ces conditions $R_s = 1$ et le coefficient d'absorption de la couche se déduit de la relation (1.33); nous obtenons :

$$\frac{R_p - R_s}{R_p + R_s} \approx \frac{R_p - 1}{R_p + 1} \approx -2 \frac{\sin^2(\theta_0)}{\cos(\theta_0)} \frac{n_0^3}{n_1^3} \alpha_1 d_1. \quad (1.57)$$

Cette technique est usuellement utilisée pour analyser les couches ultraminces sur un substrat ayant un comportement métallique.

Le montage Attenuated Total Reflection (ATR) permet de sonder une couche ultrafine à l'aide d'une onde évanescente (Fig. II-6).

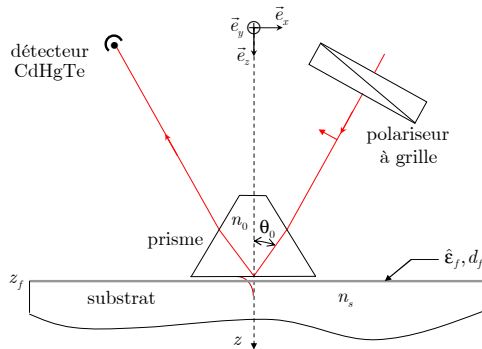


Fig. II-6 : En ATR, la face inférieure d'un prisme est éclairée avec un angle d'incidence supérieur à l'angle critique $\theta_c = \arctan(n_s/n_0)$ de manière à éviter une transmission par effet tunnel optique. La composante selon l'axe z du champ électrique p est amplifiée d'un facteur²³ $A_{pz}(z)$ dans la cavité formée par la base du prisme et la surface du substrat. Les composantes x et y du champ électrique subissent des amplifications $A_{px}(z)$ et $A_{py}(z)$ négligeables par rapport à $A_{pz}(z)$. Pour cette raison l'onde excitatrice est polarisée p .

L'onde réfléchi est frustrée de l'énergie absorbée par l'interaction de l'onde évanescente avec la couche. L'absorbance $ABS_p \equiv \log(R_p)$ d'un montage ATR se calcule à l'aide d'une technique de perturbation [25] nous avons :

²² Cette relation s'obtient facilement en remplaçant $\cos(A)$ et $\sin(A)$ par 0 dans les relations (1.15) que l'on porte dans l'expression de l'exittance (1.14).

²³ L'expression de $A_{pz}(z)$ est obtenue par la résolution des équations de Maxwell dans la structure prisme/air/silicium en négligeant la présence de la couche. L'expression de $A_{pz}(z)$ est explicitée dans la référence [25].

$$ABS_p = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{d_f}{n_0 \cos(\theta_0)} A_{pz}(z_f) \operatorname{Im} \left(\frac{1}{\hat{\epsilon}_f} \right). \quad (1.58)$$

Cette configuration est adaptée à l'analyse de couches minces absorbantes sur un substrat transparent (silicium peu dopé) [26]. En particulier l'ATR est très bien adapté à l'analyse des matériaux à haute permittivité diélectrique (HfO_2 , Al_2O_3 , Y_2O_3 , SrTiO_2) déposés sur Si (Fig. II-7). Grâce à sa sensibilité à la présence de SiO_2 et/ou de liaisons Si-H, l'ATR peut être utilisé pour l'analyse de la préparation de surface du silicium [27]. L'analyse de couches déposées sur du silicium impose l'utilisation d'un prisme en germanium limitant la bande passante de mesure de 650 cm^{-1} à 5000 cm^{-1} .

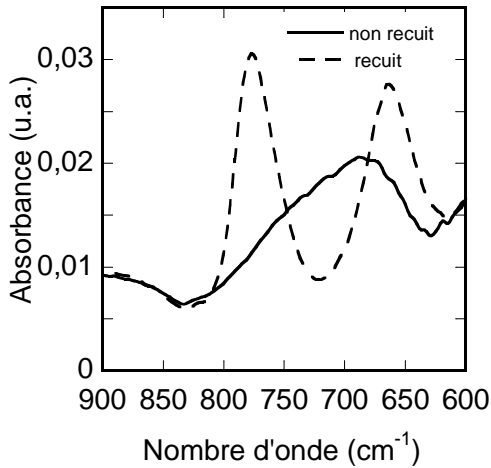


Fig. II-7 : Spectres d'absorbance de couches HfO_2 déposées par ALCVD avant et après recuit à 700°C . L'épaisseur des couches est égale à environ 3 nm. La modification radicale de la forme du pic d'absorbance de la liaison Hf-O est due à la cristallisation de la couche [28].

L'ellipsométrie IR utilise soit la méthode de l'analyseur tournant [29,30], soit celle de la modulation de phase [31]. Outre sa grande sensibilité à une couche de surface [32,33], cette technique permet aussi de mesurer les indices des corps absorbants dans l'IR (Fig. II-8).

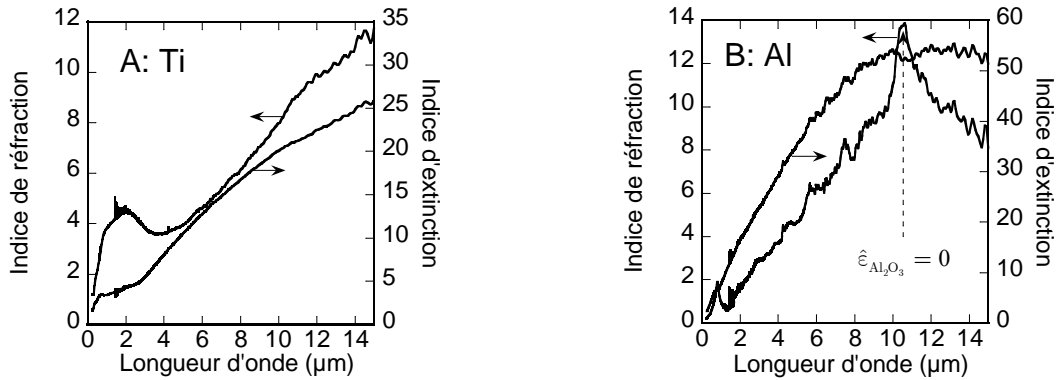


Fig. II-8 : Indice de réfraction $\hat{n}(\lambda)$ du titane (A) et de l'aluminium (B) obtenu par ES. Les résultats dans la bande spectrale $0,25 \mu\text{m} - 1,7 \mu\text{m}$ ont été acquis à l'aide d'un ellipsomètre UV-VIS-PIR à polariseur tournant. La bande spectrale $1,7 \mu\text{m} - 15 \mu\text{m}$ a été obtenue à l'aide d'un ellipsomètre IR à analyseur tournant. Les indices effectifs ont été obtenus en appliquant la relation (1.24). L'effet Berreman se traduit par une bosse à $11 \mu\text{m}$ de l'indice de l'aluminium ($\hat{\epsilon}_{\text{Al}_2\text{O}_3}(11 \mu\text{m}) \approx 0$).

Le silicium étant transparent au-delà de son gap indirect ($\approx 1 \text{ eV}$), la réflexion de la face arrière rend l'ellipsométrie infrarouge difficilement applicable pour l'étude de la couche ultramince (voir § II.4).

II.9 Conclusion

Aujourd'hui la plupart des méthodes de caractérisation optique présentées dans ce chapitre sont devenues des techniques de routine. Opérant pour la plupart en salle blanche, ces techniques permettent le contrôle et l'optimisation des procédés mis en œuvre en optronique et en microélectronique. Ceci dit, il reste encore un champ de recherche important pour ces techniques avec, par exemple, le développement de la scattérométrie, de l'ellipsométrie de Mueller, ou encore d'ellipsomètres opérant dans l'ultraviolet. Tous ces outils possèdent une résolution spatiale intrinsèque fixée par le critère de Rayleigh. Aujourd'hui les différentes techniques de microscopie à champ proche optique offrent une solution élégante (mais difficile de mise en œuvre) pour atteindre une résolution spatiale compatible avec celle requise par les micro et nanotechnologies. Un exemple de projet de microscope à champ proche optique opérant dans l'infrarouge est présenté dans les perspectives de ce mémoire.

Bibliographie

- ¹ E. Compain, "*Conception et réalisation d'un ellipsomètre de Mueller achromatique fonctionnant en temps réel*," Thèse de l'Ecole Polytechnique, 1999.
- ² B. Kaplan, "*Applications métrologiques de l'ellipsométrie de müller*," Thèse de l'Ecole Polytechnique, 2002.
- ³ C. F. Bohren and D. R. Huffman, "*Absorption and scattering of light by small particles*". (John Wiley & Sons, 1983)
- ⁴ J. J. Gil and E Bernabeu, "A depolarization criterion in Mueller matrices," *Optica Acta* **32** (3), 259-261 (1985).
- ⁵ R. M. A. Azzam and N. M. Bashara, "*Ellipsometry and polarized light*". (north-holland, 1977)
- ⁶ A. Canillas, E. Pascual, and B. Drévilon, "Phase-modulated ellipsometer using a Fourier transform infrared spectrometer for real time applications," *Rev. Sci. Instr.* **64** (8), 2153-2159 (1993).
- ⁷ M. Luttmann, "*Ellipsométrie spectroscopique à angle variable. Applications à l'étude des propriétés optiques de semi-conducteurs II-VI et à la caractérisation de couches à gradient d'indice*," Thèse de l'Université Joseph Fourier-Grenoble 1, 1994.
- ⁸ J. M. M. de Nijs and A. van Silfhout, "Systematic and random errors in rotating-analyzer ellipsometry," *J. Opt. Soc. Am. A* **5**, 773-781 (1988).
- ⁹ F. Bertin, "*Electromagnétisme de la couche ultramince*", Rapport LETI/DOPT, 1998.
- ¹⁰ F. Wooten, "*Optical properties of solids*". (Academic Press, 1972)
- ¹¹ M. Luttmann, F. Bertin, and A. Chabli, "Optical properties of $\text{Cd}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Te}$ epitaxial layers: A variable-angle spectroscopic ellipsometry study," *J. Appl. Phys.* **78** (5), 3387-3391 (1995).
- ¹² G. E. Jellison and Jr. and F. A. Modine, "Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region," *Appl. Phys. Lett.* **69** (3), 371-373 (1996).
- ¹³ G. E. Jellison and Jr. and F. A. Modine, "Erratum: ``Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region" [*Appl. Phys. Lett.* 69, 371 (1996)]," *Appl. Phys. Lett.* **69** (14), 2137 (1996).
- ¹⁴ A. Chabli, C. Vergnaud, F. Bertin, V. Gehanno, B. Valon, B. Hyot, B. Bechevet, M. Burdin, and D. Muiyard, "Temperature dependence of structural and optical properties of GeSbTe alloy thin films," *Journal-of-Magnetism-and-Magnetic-Materials* **249** (3), 509-512 (2002).
- ¹⁵ D. E. Aspnes and J. B. Theeten, "Investigation of effective-medium models of microscopic surface roughness by spectroscopic ellipsometry," *Phys. Rev. B* **20** (9), 3292-3302 (1979).
- ¹⁶ F. Bertin, T. Baron, D. Mariolle, F. Martin, A. Chabli, and M. Dupuy, "Characterization of deposited nanocrystalline silicon by spectroscopic ellipsometry," *Physica Status Solidi A* **175** (1), 405-412 (1999).
- ¹⁷ P. Revol, D. Perret, F. Bertin, F. Fusalba, V. Rouessac, A. Chabli, G. Passemard, and A. Ayrat, "Porosimetry Measurements on Low Dielectric Constant Thin Layers by Coupling Spectroscopic Ellipsometry and Solvent Adsorption-Desorption," *Journal of Porous Materials* **12** (2), 113 - 121 (2005).
- ¹⁸ B. Hirrien, "*Rugosité de surface et d'interface: méthodes de microscopies de force atomique et réflectivité de rayons-X rasants appliquées aux composants de la micro-électronique et de l'optronique*," Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, 1997.
- ¹⁹ J. Lekner, "*Theory of reflection*". (Martinus Nijhoff Publishers, 1987)
- ²⁰ M. Born and E. Wolf, "*Principles of optics*", 7th ed. (Cambridge University Press, 1985)

- 21 L. Mechin, A. Chabli, F. Bertin, M. Burdin, G. Rolland, C. Vannuffel, and J. C. Villegier, "A combined
X-ray specular reflectivity and spectroscopic ellipsometry study of CeO₂/yttria-stabilized-zirconia
bilayers on Si(100) substrates," J. Appl. Phys. **84** (9), 4935-4940 (1998).
- 22 F. Bertin, A. Chabli, E. Chiariglione, M. Burdin, M. Berger, T. Boudet, O. Lartigue, and G. Ravel,
"Spectroscopic ellipsometry with compensator and X-ray specular reflectivity for characterization of
thin optical layers on transparent substrates," Thin Solid Films **313-314** (1-2), 68-72 (1998).
- 23 L. Dumas, E. Quesnel, F. Pierre, and F. Bertin, "Optical properties of magnesium fluoride thin films
produced by argon ion-beam assisted deposition," Journal of Vacuum Science & Technology A **20** (1),
102-106 (2002).
- 24 E. Mounier, F. Bertin, M. Adamik, Y. Pauleau, and P.-B. Barna, "Effect of the substrate temperature on
the physical characteristics of amorphous carbon films deposited by d.c. magnetron sputtering," Diam.
Rel. Mat. **5** (12), 1509-1515 (1996).
- 25 N. Rochat, A. Chabli, F. Bertin, M. Olivier, C. Vergnaud, and P. Mur, "Attenuated total reflection
spectroscopy for infrared analysis of thin layers on a semiconductor substrate," J. Appl. Phys. **91** (8),
5029-5034 (2002).
- 26 N. Rochat, A. Chabli, F. Bertin, C. Vergnaud, P. Mur, S. Petitdidier, and P. Besson, "Infrared analysis
of thin layers by attenuated total reflection spectroscopy," Materials-Science-&Engineering-B-Solid-
State-Materials-for-Advanced-Technology. **102** (1-3), 16-21 (2003).
- 27 F. Tardif, A. Chabli, A. Danel, N. Rochat, and M. Veillerot, "Thermal Evolution of Chemical Oxides
and (100) Silicon at 300°C in Ambient Air as Seen by Attenuated Total Reflection Infrared
Spectroscopy," J. Electrochem. Soc. **150** (6), G333-G338 (2003).
- 28 N. Rochat, K. Dabertrand, V. Cosnier, S. Zoll, P. Besson, and U. Weber, "Infrared spectroscopy of high
k thin layer by multiple internal reflection and attenuated total reflection," Physic Status Solidi **8**, 2961-
2965 (2003).
- 29 F. Ferrieu, "Infrared spectroscopic ellipsometry using a Fourier transform infrared spectrometer: Some
applications in thin-film characterization," Rev. Sci. Instr. **60** (10), 3212-3216 (1989).
- 30 A. Röseler, "Infrared Spectroscopic Ellipsometry". (Akademie-Verlag Berlin, 1990)
- 31 R. Benferhat, "Réalisation d'un ellipsomètre spectroscopique à modulation de phase fonctionnant dans
l'infrarouge. Application à l'étude des propriétés vibrationnelles de couches ultraminces organique ou
semiconductrices amorphes.," Thèse De l'Université Pierre et Marie Curie- paris 6-, 1987.
- 32 S. Bruynooghe, A. Chabli, F. Bertin, F. Pierre, and G. Leflem, "Preparation and characterization of
Nd³⁺ and Er³⁺-doped silica sol-gel coatings by Rutherford backscattering spectroscopy and
spectroscopic ellipsometry," Journal of Materials Research **12** (10), 2779-2783 (1997).
- 33 A. Chabli, "Optical characterization of layers for silicon microelectronics," Microelectron. Eng. **40**,
263-274 (1998).

III Analyse locale de propriétés électriques en champ proche

III.1 Introduction

Aujourd'hui, les besoins de la microélectronique en outils de caractérisation électrique, résolus spatialement, concernent la mesure de la densité de dopants, de la résistivité, du travail de sortie, de charges piégées, de courants de fuite... La maîtrise de ces outils pose des défis dont certains sont clairement identifiés dans la feuille de route de la microélectronique [1]. Dans ce contexte le LETI s'est équipé en 2001 d'un AFM commercial doté de modules spécifiques de mesures électriques. Après quatre ans d'étude, nous tentons ici de présenter une synthèse des résultats obtenus par champ proche électrique sur des matériaux et des dispositifs issus du LETI. Beaucoup de ces études ont été menées en collaboration avec des laboratoires académiques. En particulier la détection de charges par EFM s'est effectuée à l'ESRF en collaboration avec J. Chevrier et F. Comin, la mesure du taux de dopage par nano spreading résistance (SSRM) a impliqué F. Houzet du LGEP et P. Eyben de l'IMEC, les études sur la mesure capacitive locale (SCM) ont été conduites avec le concours de B. Gautier et de G. Brémond du LPM, enfin la mesure de travaux de sortie a également été menée de concert avec A. Bsiessy de SPINTEC et P. Girard du LAIN.

L'AFM constitue avant tout une prouesse technique, basée sur la possibilité de réaliser des microcapteurs de force, dont on mesure et contrôle les déplacements avec une résolution inférieure à l'Angstrom. La possibilité d'améliorer les performances de ces microcapteurs, à l'aide de faisceaux d'ions focalisés (FIB), est une voie très prometteuse. Des leviers et pointes usinés par FIB sont depuis deux ans testés en milieu fluide par l'équipe de J. P. Aimé au CPMOH. Nous montrerons rapidement quelques exemples de réalisation [2].

Une bonne maîtrise de l'AFM demande aussi une bonne compréhension des mécanismes, parfois subtils, de l'interaction, en régime statique et dynamique, entre une pointe et une surface. Cette réflexion a donné lieu à quatre notes techniques consacrées respectivement (i) à l'analyse de l'oscillateur en régime linéaire et non linéaire [3], (ii) à l'étude des leviers en régime statique [4], (iii) à l'étude des leviers en régime dynamique [5], (iv) à l'amortissement hydrodynamique des leviers [5]. Cette réflexion a également alimenté un cours de microscopie à force atomique dispensé en master recherche [6]. Aussi avant d'exposer les résultats spécifiques au champ proche électrique, nous commencerons par un résumé succinct du socle théorique commun à toutes les techniques de champ proche.

III.2 Présentation de la microscopie à force atomique

III.2.1. Système pointe-surface : régime statique

Contrairement à la microscopie à effet tunnel (STM), l'AFM permet de travailler à l'air sur des échantillons pouvant être électriquement isolants. Le cœur de l'AFM est une microbalance (Fig. III-1 B) consistant en un levier, symbolisé par un ressort de raideur k , sensible aux forces d'interaction \vec{F}_{int} , attractives ou répulsives, agissant entre l'apex d'une pointe et la surface d'un échantillon.

Les leviers sont réalisés en silicium ou en nitrure de silicium en utilisant les méthodes de fabrication collective de la microélectronique ; ils peuvent être de forme triangulaire ou rectangulaire (Fig. III-1 A), leurs constantes de raideur²⁴ k sont comprises entre 0.1 Nm^{-1} et

²⁴ Pour un levier rectangulaire de longueur l , de largeur w , d'épaisseur e et de module d'Young E , nous avons $k = 0,25Ew(e/l)^3$.

100 Nm^{-1} . Le détecteur de force est une pointe aiguë d'une dizaine de microns de hauteur (Fig. III-1 C). Le rayon de courbure R de l'apex de la pointe est de l'ordre, dans le meilleur des cas, d'une dizaine de nanomètres.

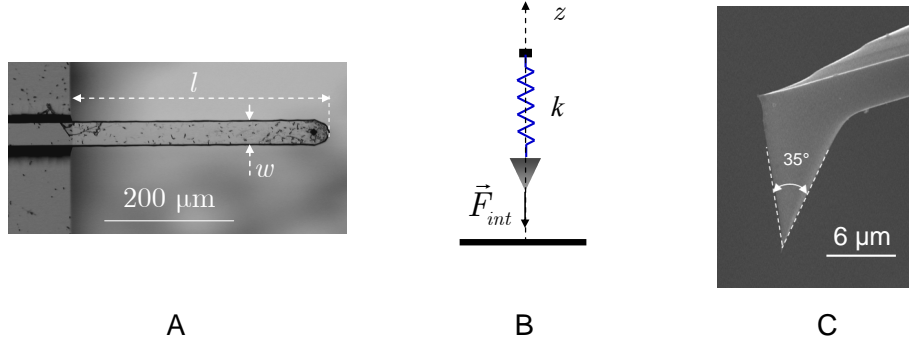


Fig. III-1 : (A) Image obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) d'un levier ; (B) Principe du capteur de force utilisé en AFM ; (C) Image MEB d'une pointe.

Afin de décrire le comportement statique du levier, considérons l'énergie W du système pointe-levier. W est la somme de l'énergie élastique W_{elas} de la déformation élastique du levier et de l'énergie W_{int} d'interaction entre la pointe et la surface. L'énergie élastique est égale à $W_{elas} = k(z - z_0)^2/2$, où z_0 serait la position de l'apex de la pointe en l'absence d'interaction (Fig. III-2 C). Le potentiel W_{int} qui est répulsif puis attractif passe par un minimum à une distance $z = \sigma$ de la surface de l'échantillon. En l'absence de force de rappel, la pointe occuperait ce minimum et posséderait l'énergie W_{bond} de liaison pointe-surface. L'énergie d'adhérence $W_{adh} = -W_{bond}$ est celle nécessaire pour rompre cette liaison. Selon la valeur de la cote z_0 , l'énergie W peut posséder 1 ou 2 minimums z_1, z_2 avec $z_2 > z_1$ (Fig. III-2 A). Lorsque le levier se rapproche de la surface, la pointe occupe le minimum z_2 . En $z_0 = z_\alpha$ la pointe subit une instabilité mécanique et saute dans le minimum z_1 dans lequel elle reste bloquée. Si maintenant on éloigne le levier de la surface, la pointe reste dans le minimum stable z_1 jusqu'au point $z_0 = z_\beta$ où une nouvelle instabilité mécanique la fait sauter dans le minimum z_2 . Ainsi lors d'un mouvement vertical de va-et-vient du levier la pointe possède un mouvement hystérétique (Fig. III-2 B). Les lieux z_α et z_β où se produisent les instabilités mécaniques, sont déterminés par les relations :

$$\frac{\partial^2 W(z_\alpha)}{\partial z^2} = 0, \quad \frac{k}{2}(z_\beta - \sigma)^2 = W_{adh}. \quad (2.1)$$

La première égalité correspond au lieu où la raideur du levier ne peut plus supporter la raideur du contact. La deuxième égalité correspond au lieu où l'énergie élastique stockée dans le levier devient supérieure à l'énergie d'adhésion.

La présence d'instabilités mécaniques est un problème majeur en AFM. Une manière de s'en affranchir est d'opérer en **mode contact**. Dans ce mode, la pointe sonde la partie répulsive du potentiel d'interaction et la force répulsive $F_{int} = -\partial W_{int}/\partial z$ s'oppose à la pénétration de la pointe dans le matériau. Lorsque les forces d'adhésion sont négligeables, la force de répulsion F_{Hertz} peut être estimée en utilisant la relation de Hertz :

$$F_{Hertz} = \frac{4E_{ech}}{3(1 - \sigma_{ech}^2)} \sqrt{R} \delta^{\frac{3}{2}}, \quad (2.2)$$

qui relie l'intensité de F_{Hertz} à la profondeur de pénétration δ de la pointe dans le matériau. Nous avons noté E_{ech} , σ_{ech} les modules d'Young et de Poisson de l'échantillon et nous avons supposé que la pointe était indéformable.

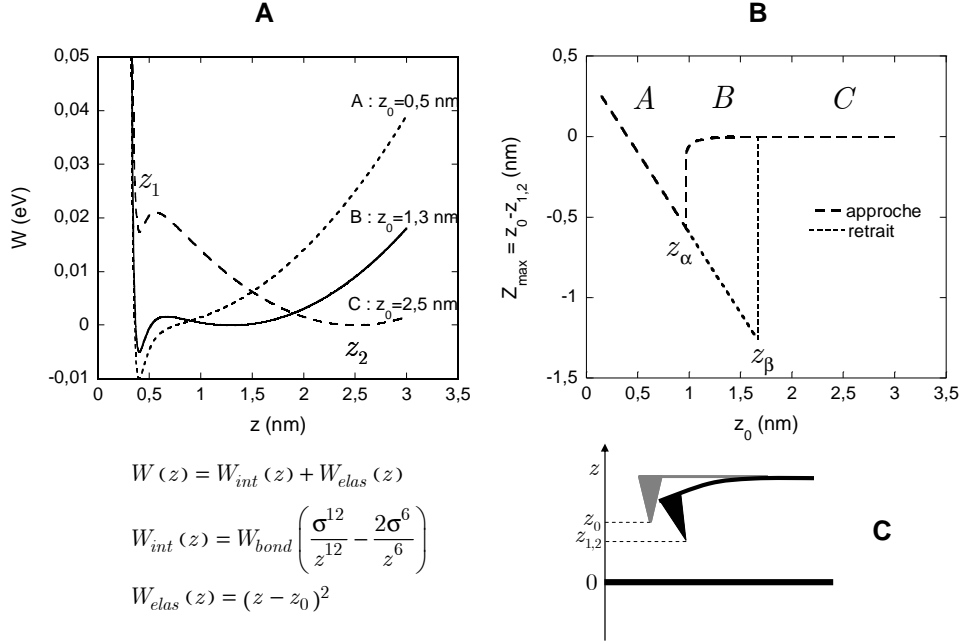


Fig. III-2 : (A) Exemple du calcul du potentiel W en fonction de la distance z_0 . Le potentiel d'interaction est du type Lennart-Jones avec $W_{bond} = 10$ meV, $k = 0,002$ N.m⁻¹, $\sigma = 0,4$ nm. (B) Déflexion du levier lors d'un cycle d'approche puis de retrait de la pointe relativement à la surface. (C) Positions respectives de la pointe en présence et en l'absence d'une force d'interaction entre la pointe et la surface.

Une autre façon de s'affranchir de l'instabilité mécanique consisterait en l'utilisation de leviers de raideur très importante. Dans le champ de potentiel attractif, lorsque la pointe est très proche de la surface, seul l'apex de la pointe contribue à l'interaction. Dans ces conditions, la force d'interaction attractive entre la pointe et la surface, supposée plane, peut être calculée à l'aide de l'approximation de Deryaguin qui, pour une interaction de type van der Waals $W_{vdW} = -C/D^6$, conduit à l'expression suivante de la force :

$$F_{vdW}(D) = -\frac{HR}{6D^2} \quad : H \equiv \frac{Cn_1n_2}{\pi} \quad (2.3)$$

La constante de Hamaker H dépend de la densité d'atomes n_1 de la pointe et n_2 de l'échantillon. Dans l'air $H \approx 10^{-19}$ J, cette valeur dépend peu de la nature des matériaux en interaction. L'expression (2.3) est très souvent utilisée comme force modèle en AFM. Pour une distance $D \approx 1$ nm et un rayon de pointe $R = 10$ nm, l'intensité de la force de van der Waals est égale à 0,2 nN. Un levier possédant une constante de raideur $k = 10$ N.m⁻¹ subirait une flexion de 0,02 nm qui n'est pas mesurable. L'alternative est de travailler en régime dynamique.

III.2.2. Système pointe-surface : régime dynamique

L'instabilité mécanique empêche de sonder de manière statique le potentiel attractif. Une manière de contourner cette difficulté consiste à sonder le potentiel de manière dynamique. Dans ces conditions, nous montrerons que le mouvement du levier est affecté par le gradient de la force, ce qui rend possible l'utilisation de leviers raides.

Considérons les oscillations libres d'un levier vibrant sans amortissement. Les fréquences propres ω_i sont fixées par la forme du levier et par les conditions aux limites ; pour un levier rectangulaire, de densité ρ , encastré à l'origine et libre à l'extrémité, nous avons [5]:

$$\omega_i = \frac{\tilde{\chi}_i^2}{\sqrt{12}} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{e}{l^2} \quad : i = 0, \dots, \infty \quad (2.4)$$

où $\tilde{\chi}_i$ est la racine de l'équation : $\cos \tilde{\chi}_i \cosh \tilde{\chi}_i + 1 = 0$.

En présence d'amortissement et d'une force d'interaction pointe-surface, la résolution de l'équation dynamique du levier peut être assimilée à celle d'un oscillateur harmonique placé dans un champ de force extérieur F_{int} . L'oscillateur harmonique possède une constante de raideur k égale à la celle du levier et une masse effective²⁵ $m^* = 3lewp / \tilde{\chi}_i^4$. Supposons que les pertes par dissipation soient compensées à l'aide d'un mécanisme de régulation qui fournit, par excitation forcée, de l'énergie au levier afin de maintenir son amplitude de vibration A constante. Dans ce mode de fonctionnement, nommé **mode non contact**, le levier agit comme un oscillateur autoentretenu lorsque le gain complexe de la boucle fermée est égal à 1. En mode non contact, le mouvement du levier est régi par une intrication complexe entre les équations de la dynamique et celles des systèmes asservis. Toutefois, dans le cas d'un système idéalisé où la dissipation est parfaitement compensée, l'équation dynamique du levier s'écrit :

$$\ddot{z} + \omega_\infty^2 z = \frac{F_{int}(D+z)}{m^*} \quad : \omega_\infty = \sqrt{\frac{k}{m^*}}. \quad (2.5)$$

Le calcul de la fréquence propre ω_0 de l'oscillateur non-linéaire (2.5) est classique en mécanique. Ce calcul peut être considérablement simplifié lorsque le coefficient de qualité Q du levier est important. Pour $Q > 10$ le mouvement du levier reste harmonique et dans ces conditions nous avons [3] :

$$\omega_\infty - \omega_0 = \frac{\omega_\infty}{kA^2} \langle F_{int} \cdot z \rangle \quad (2.6)$$

où $\langle F_{int} \cdot z \rangle$ représente le viriel²⁶ de la force d'interaction. Lorsque l'amplitude de vibration est faible, la force d'interaction peut être remplacée par son développement au premier ordre et nous obtenons l'expression importante :

$$\omega_\infty - \omega_0 = \omega_\infty \frac{k_{int}}{k} \quad : k_{int} = \frac{\partial F(D)}{\partial z}. \quad (2.7)$$

Lors de la déduction de (2.7) nous avons utilisé le fait que le viriel d'une force uniforme est nul²⁷. Ainsi, au premier ordre, nous ne sommes sensibles qu'au gradient k_{int} de la force

²⁵ Pour le mode fondamental nous avons [5] : $m^* \approx 0,243lewp$.

²⁶ Considérons un système de N particules. Chaque particule, repérée par son rayon vecteur \vec{r}_i , est soumise à une force \vec{F}_i . Le viriel est par définition la moyenne temporelle $\left\langle \sum_{i=1}^N \vec{F}_i \cdot \vec{r}_i \right\rangle \equiv \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T (\vec{F}_i \cdot \vec{r}_i) dt$.

²⁷ La distance D est déterminée par l'équation d'équilibre $k(z_0 - D) + F(D) = 0$. En pratique, pour éviter les instabilités mécaniques nous utilisons des leviers possédant une constante de raideur importante ($k > 10 \text{ Nm}^{-1}$) et la flexion statique du levier est négligeable.

d'interaction. Un potentiel attractif ($k_{int} > 0$) diminue la fréquence propre alors qu'un potentiel répulsif ($k_{int} < 0$) augmente la fréquence propre de vibration du levier.

Un deuxième mode dynamique, nommé **mode oscillant**, consiste à imposer au levier un mouvement d'oscillation forcée en appliquant à la pointe une force d'excitation $f \cos(\omega t)$. Le mouvement de la pointe peut être décrit par l'équation dynamique

$$m^* \ddot{z} + c\dot{z} + kz = f \cos(\omega t) + F(D + z) \quad (2.8)$$

où nous supposons que la dissipation du levier peut être décrite par des forces de frottement $-c_i \dot{z} \equiv -2\gamma_i m^* \dot{z}$ proportionnelles à la vitesse \dot{z} de la pointe. A chaque canal de dissipation est associé un coefficient de frottement c_i . En notant c_0 le coefficient de friction induit par les forces de frottement hydrodynamique (voir § III.2.4) et c_{int} le coefficient de friction associé à l'interaction, nous avons $c = c_0 + c_{int}$.

Pour des coefficients de qualité importants ($Q > 10$) le mouvement $z(t)$ de la pointe reste harmonique. Dans ces conditions nous avons $z = A \cos(\omega t - \varphi)$ où le déphasage φ est induit par la dissipation. L'application du théorème du viriel²⁸ à l'oscillateur permet d'obtenir :

$$\cos(\varphi) = Q\tilde{A} \left[1 - \tilde{\omega}^2 - \frac{2\langle F_{int} \cdot z \rangle}{k\tilde{A}^2 A_\infty^2} \right] \quad (2.9)$$

où $A_\infty = Qf/k$ est l'amplitude à la résonance de l'oscillateur harmonique en l'absence de force d'interaction. Nous avons utilisé les variables réduites $\tilde{\omega} = \omega/\omega_\infty$ et $\tilde{A} = A/A_\infty$.

D'autre part, en égalant la puissance dissipée par l'oscillateur à la puissance fournie par la force d'excitation, nous avons :

$$\sin \varphi = \tilde{A} \tilde{\omega} \left(1 + \frac{\gamma_{dis}}{\gamma_0} \right). \quad (2.10)$$

Des relations (2.9) et (2.10) nous déduisons la valeur de l'amplitude réduite en fonction de la fréquence réduite d'excitation sous la forme²⁹ :

$$\tilde{A} = \frac{1}{\sqrt{Q^2 \left[1 - \tilde{\omega}^2 - \frac{2\langle F_{int} \cdot z \rangle}{k\tilde{A}^2 A_\infty^2} \right]^2 + \tilde{\omega}^2 \left(1 + \frac{\gamma_{int}}{\gamma_0} \right)^2}}. \quad (2.11)$$

Dans l'approximation des faibles amplitudes, la courbe de résonance (2.11) est celle d'un oscillateur linéaire dont la fréquence de résonance est donnée par l'expression (2.7). Dans un potentiel d'interaction général, pour une fréquence d'excitation ω_{exc} donnée, l'équation implicite (2.11) peut admettre plusieurs solutions. Ainsi la courbe $\tilde{A}(\tilde{\omega})$ peut présenter

²⁸ Le théorème du viriel s'écrit $\left\langle \sum_{i=1}^N \vec{F}_i \cdot \vec{r}_i \right\rangle = -2\langle \mathcal{T} \rangle$, où $\langle \mathcal{T} \rangle$ est la moyenne de l'énergie cinétique totale du système. Les forces de frottement proportionnelles à la vitesse des particules donnent une contribution nulle au viriel.

²⁹ Il est important de noter que contrairement à (2.10), (2.9) ne peut pas s'écrire complètement sous une forme adimensionnelle. Si tel était le cas, nous aboutirions au comportement d'un oscillateur linéaire. Ici $\tilde{A}(\omega)$ dépend de l'amplitude d'excitation A_∞ .

plusieurs branches stables qui expliquent la possibilité d'un comportement hystérétique de l'évolution de l'amplitude lorsque la pointe, oscillant à la fréquence d'excitation forcée ω_{exc} , s'approche puis se s'éloigne de la surface.

Le mode oscillant peut être utilisé pour analyser les forces électriques (ou magnétiques). Ces forces sont à longue portée : ainsi, il est possible, en faisant vibrer la pointe suffisamment loin de la surface, de les discriminer des forces de van der Waals. La distance moyenne pointe-surface D ne satisfait plus la condition $D \ll R$; dans ces conditions le cône de la pointe ainsi que le levier participent à l'interaction rendant le calcul de la force électrique délicat. Lorsqu'une différence de potentiel extérieur U_{dc} est appliquée entre la pointe et la surface, il en résulte une différence de potentiel effective $U_{ps} = U_{dc} + U_{cdp}$ qui est égale au potentiel extérieur appliqué, corrigé de la différence de potentiel de contact entre la pointe et la surface. De manière générale la force électrique a pour expression :

$$F_{elec} = + \left(\frac{\partial W_{elec}}{\partial z} \right)_{U_{ps}}. \quad (2.12)$$

Dans le mode **EFM** (Electrical Force Microscopy), le levier est excité mécaniquement, et nous acquérons la mesure du glissement de la fréquence de résonance ω_0 qui est reliée à la raideur électrique k_{elec} selon (2.7). Le mode EFM est principalement utilisé pour la mesure de charges piégées³⁰ et une des difficultés consiste en l'estimation de l'énergie W_{elec} .

Le levier peut être excité électriquement par un potentiel $U(t) = U_{ps} + U_{ac} \cos(\omega t)$. Dans ces conditions, en l'absence de charges piégées³⁰, nous avons $W_{elec} = CU_{ps}^2/2$, où C est la valeur de la capacité entre le système pointe-levier et la surface. En négligeant la variation spatiale de la force électrique, les relations (2.12) et (2.8) conduisent à l'équation dynamique suivante du levier³¹ :

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_\infty^2 z = \frac{F_{elec}^{(0)}}{m^*} + \frac{F_{elec}^{(\omega)}}{m^*} \cos(\omega t) + \frac{F_{elec}^{(2\omega)}}{m^*} \cos(2\omega t) \quad (2.13)$$

avec

$$F_{elec}^{(0)} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left(U_{ps}^2 + \frac{1}{2} U_{ac}^2 \right), \quad F_{elec}^{(\omega)} = \frac{\partial C}{\partial z} U_{ac} U_{ps}, \quad F_{elec}^{(2\omega)} = \frac{\partial C}{\partial z} U_{ac}^2. \quad (2.14)$$

Lorsque le levier est excité à sa fréquence de résonance $\omega = \omega_\infty$, l'amplitude de vibration est égale à $A(t) = A_{\omega_\infty} \sin(\omega_\infty t) + A_{2\omega_\infty} \cos(2\omega_\infty t - \phi(2\omega_\infty))$ où $A_{\omega_\infty} = QF_{elec}^{(\omega)} / k$. En mode **KFM** (Kelvin Force Microscopy), nous extrayons, à l'aide d'une détection synchrone, l'amplitude A_{ω_∞} . Celle-ci est annulée, en ajustant la tension appliquée U_{dc} , de sorte qu'elle s'oppose au potentiel de contact. Ainsi le mode KFM permet la mesure locale de la différence de travail de sortie entre la pointe et la surface du matériau étudié.

³⁰ Nous appelons charges piégées les charges qui subsistent même en l'absence d'un potentiel appliqué. Ces charges sont la plupart du temps volontairement déposées dans un milieu capable d'en assurer la rétention (§ III.3.2).

³¹ La prise en considération du gradient de la force électrique conduirait à l'équation d'un oscillateur paramétrique [7]. Cependant, pour des distances entre la pointe et la surface $D > 50$ nm aucune amplification paramétrique n'est possible [8]. L'approximation est donc tout à fait justifiée.

III.2.3. AFM : bruit thermique du levier

En l'absence de force d'interaction, le levier est soumis au choc chaotique des molécules et son mouvement est régi par l'équation différentielle stochastique $\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_\infty^2 z = r(t)/m^*$, où $r(t)$ est une force aléatoire de spectre blanc. La densité spectrale d'énergie $S_{zz}(\omega)$ du mouvement aléatoire $z(t)$ est reliée à la partie imaginaire $\alpha''(\omega)$ de la susceptibilité généralisée $\alpha(\omega)$ du levier par le théorème de dissipation fluctuation :

$$S_{zz}(\omega) = \frac{\hbar\alpha''(\omega)}{2\pi} \coth \frac{\hbar\omega}{2k_B T} \quad (2.15)$$

où nous avons noté T la température absolue. Pour un levier $\alpha = 1/m^*(\omega_\infty^2 - \omega^2 - 2\gamma\omega j)$ et à la température ambiante, nous avons $k_B T \gg \hbar\omega_\infty$. Dans ces conditions les fluctuations quantiques sont négligeables et la relation (2.15) s'écrit :

$$S_{zz}(\omega) = \frac{k_B T}{\pi m^*} \frac{2\gamma}{(\omega_\infty^2 - \omega^2)^2 + 4\gamma^2 \omega^2}. \quad (2.16)$$

Appliqué à (2.16), le théorème de Wiener-Khinchine permet d'obtenir la fonction d'auto corrélation $C_{zz}(\tau)$ du levier qui, pour $\tau = 0$, est égale à l'écart quadratique $\langle z^2(t) \rangle$. Pour un système d'acquisition de bande passante $B = \omega_2 - \omega_1$ nous obtenons

$$\langle z^2(t) \rangle = C_{zz}(0) = 2 \int_{\omega_1}^{\omega_2} S_{zz}(\omega) d\omega. \quad (2.17)$$

Pour un système passe-tout, l'intégration de (2.17), de $\omega_1 = 0$ à $\omega_2 = \infty$, conduit à l'expression importante³² $\langle z^2(t) \rangle = k_B T \alpha(0) = k_B T / k$.

L'expression (2.17) de l'écart quadratique de bruit sur la mesure permet d'obtenir, pour un rapport signal à bruit égal à 1, les plus petites valeurs mesurables de la force et du gradient de force sous la forme [3] :

$$F_{min} = \sqrt{4k_B T c B_{[Hz]}}, \quad \left. \frac{\partial F}{\partial z} \right|_{min} = \frac{Q \sqrt{16k_B T c B_{[Hz]}}}{\omega_\infty \partial |\alpha(\omega)| / \partial \omega_0}. \quad (2.18)$$

Pour des leviers utilisés en mode EFM, le gradient minimum de force mesurable est de l'ordre de 10^{-5} Nm^{-1} .

III.2.4. AFM : amortissement hydrodynamique du levier

Comme le montrent les expressions (2.18), le coefficient de friction c du levier fixe la plus petite force ou gradient de force mesurable. Ce coefficient affecte aussi le facteur de qualité $Q = \omega_\infty m^* / c$. Il est donc important de pouvoir calculer c afin d'optimiser la fabrication ou la modification des leviers (voir § III.3.1).

Considérons un levier vibrant dans un fluide d'extension illimitée, de viscosité dynamique η et de densité ρ_{fluid} . Une partie de longueur infinitésimale dl du levier, animée de la vitesse $U e^{-j\omega t}$, est soumise à la force hydrodynamique

³² Ce résultat est bien entendu une conséquence du théorème d'équipartition [9].

$$F_{hydro} = j\pi\eta Re\Gamma(Re)U e^{-j\omega t} dl. \quad (2.19)$$

La fonction hydrodynamique $\Gamma(Re) = \Gamma'(Re) + j\Gamma''(Re)$ ne dépend que du seul nombre de Reynolds Re qui, ici, traduit une propriété d'invariance de Γ par similitude. Pour un levier rectangulaire nous avons montré, que pour $Re \in [1, 1000]$, la fonction hydrodynamique possède l'expression approchée suivante³³ [10] :

$$\Gamma'(Re) \approx 1,0544 + \frac{2,6854}{\sqrt{Re}}, \quad \Gamma''(Re) \approx 0,0229 + \frac{2,5616}{\sqrt{Re}} + \frac{1,4895}{Re} : Re = \frac{\rho_{fluid}\omega w^2}{4\eta}. \quad (2.20)$$

La partie réelle Γ' de la fonction hydrodynamique donne une contribution de la force hydrodynamique en phase avec la vitesse locale du levier. Γ' est donc reliée au processus de dissipation. Plus spécifiquement, nous avons $c = \pi\eta Re\Gamma'(Re)\tilde{l}^*$. La partie imaginaire Γ'' de la fonction hydrodynamique donne une contribution de la force hydrodynamique en phase avec l'accélération locale du levier. Γ'' est donc relié à l'alourdissement du levier par la masse hydrodynamique ajoutée. Pour les leviers utilisés en microscopie à force atomique, la relation (2.20) conduit à des coefficients de frottement c_0 qui sont dans l'air de l'ordre de quelques nN.s.m⁻¹. Dans l'eau ces coefficients sont cent fois plus importants. Lorsque le levier vibre près de la surface, le calcul de la force de friction hydrodynamique nécessite la résolution de l'équation de la lubrification [10].

III.2.5. AFM : modes d'acquisition

Nous avons décrit trois modes de fonctionnement de l'AFM :

- en mode contact, sous l'action d'une force répulsive, le levier fléchit et nous mesurons la flèche Z_{max} du levier (Fig. III-2). Afin de préserver la pointe et la surface, des leviers de faible constante de raideur ($k \approx 0,1 \text{ Nm}^{-1}$) sont généralement utilisés.

- en mode non contact, sous l'action d'un gradient de force, la fréquence de résonance varie et nous mesurons le glissement fréquentiel³⁴ $\Delta\omega_0 \equiv \omega_\infty - \omega_0$. Afin d'éviter les instabilités mécaniques, des leviers de forte constante de raideur ($k \approx 10 \text{ Nm}^{-1}$) sont utilisés.

- en mode oscillant, sous l'action d'un gradient de force, l'amplitude de vibration forcée à la fréquence ω varie et nous mesurons la variation de l'amplitude $\Delta A = \frac{\partial |\alpha(\omega)|}{\partial \omega_0} \Delta\omega_0$. Afin

d'éviter les instabilités mécaniques, des leviers de forte constante de raideur ($k \approx 10 \text{ Nm}^{-1}$) sont utilisés. La durée des transitoires étant de l'ordre de $4\pi Q / \omega_0$, pratiquement ce mode est utilisé pour des leviers dont le facteur de qualité n'excède pas quelques centaines.

L'AFM peut fonctionner en mode d'analyse de force. Dans ce mode, un actionneur z impose au levier un mouvement de va-et-vient vertical et nous enregistrons en fonction de la cote z_0 (voir Fig. III-2 C) soit la courbe de force $Z_{max}(z_0)$ (voir Fig. III-2 B), soit la courbe d'approche retrait $\Delta A(z_0)$, soit encore la courbe $\Delta\omega_0(z_0)$. La courbe de force permet

³³ La fonction hydrodynamique d'un levier de section circulaire de rayon R possède la forme analytique suivante [10] : $\Gamma(Re) = 1 + \frac{4K_1(-j\sqrt{jRe})}{\sqrt{-jRe}K_0(-j\sqrt{jRe})}$, où $Re = \frac{\rho_{fluid}\omega R^2}{\eta}$.

³⁴ Il est possible de montrer [3] que l'écart quadratique du bruit de fréquence est tel que $\langle \delta v^2 \rangle = v_\infty \frac{k_B T B_{[Hz]}}{\pi k_A^2 Q}$.

l'analyse des forces répulsives et des forces d'adhésion. La mesure du glissement de la fréquence de résonance $\Delta\omega_0(z_0)$ permet, en résolvant l'équation intégrale (2.6), la reconstruction du potentiel d'interaction $W_{int}(z_0)$ [11].

L'AFM peut également fonctionner en mode imagerie. Dans ce mode, deux actionneurs x et y imposent au levier un mouvement de balayage de la surface. Selon que l'on image en mode contact, oscillant ou non contact, Z_{max} , ΔA ou $\Delta\omega_0$ sont maintenus constants, pendant le déplacement du levier, par une boucle de contre-réaction qui agit sur l'actionneur z de manière à sonder toujours la même force répulsive ou le même gradient de force. Si la pointe était assimilable à un fil de diamètre subnanométrique convenablement orienté, si l'échantillon était homogène³⁵, nous obtiendrions l'image topographique. En pratique la dimension finie des pointes entraîne une distorsion des images difficile à corriger.

III.3 Résultats expérimentaux

III.3.1. Modification de pointes et de leviers

Le capteur de force constituant le cœur d'un AFM, l'amélioration de ses caractéristiques est un enjeu important. L'utilisation de faisceaux d'ions focalisés (FIB) permet d'améliorer les performances des systèmes pointe-levier disponibles commercialement. En effet, cette technique autorise un usinage localisé (Fig. III-3 A, B), le dépôt local de la matière (Fig. III-3 C) ou encore la manipulation d'objets de taille micrométrique (Fig. III-4).

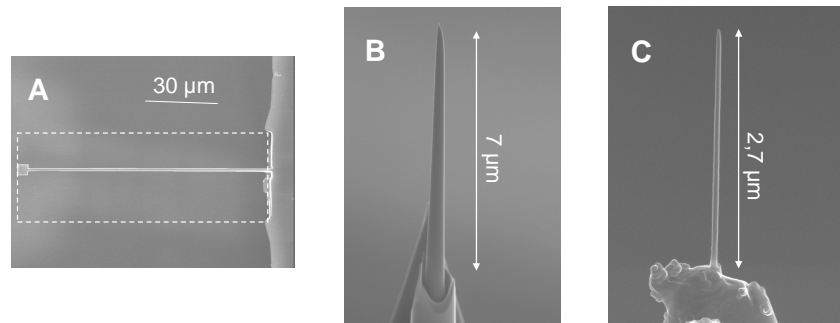


Fig. III-3 : Exemple de leviers ou de pointes modifiés par FIB par notre laboratoire. (A) représente l'amincissement par usinage d'un levier, la taille initiale étant représentée en pointillé. (B) illustre l'usinage d'une pointe pour en améliorer le facteur de forme. (C) montre la fabrication par un dépôt de tungstène d'une pointe avec un facteur de forme important. Lors de l'usinage des leviers une tension d'accélération de 30 kV et une intensité de 10 nA du faisceau d'ions Ga^+ ont été utilisés. Les dépôts ont été obtenus par décomposition de WCO_6 sous un faisceau d'électrons de 15 keV et d'une intensité de 0,6 nA.

Les applications offertes par les usinages FIB sont innombrables. En particulier, l'utilisation des microscopies à champ proche en milieu liquide requiert des leviers de faibles coefficients de friction. Dans le cadre de l'ACI "nanocapteur de force", des études menées au CPMOH sur des leviers usinés par notre laboratoire (Fig. III-3 A) montrent une diminution d'un facteur 10 du coefficient de friction [2]. L'utilisation de pointes avec un bon facteur d'aspect (Fig. III-3 B, C) permettra dans le cas de l'EFM ou du KFM une amélioration de la résolution spatiale par une meilleure localisation de l'interaction entre la pointe et la surface. Autrement dit, il s'agit

³⁵ Par homogène nous entendons que les courbes $Z_{max}(z_0)$, $\Delta A(z_0)$ ou $\Delta\omega_0(z_0)$ ne dépendent pas du lieu de coordonnées x, y sur la surface. Bien entendu, à l'échelle atomique ceci est faux et c'est précisément cette variation qui permet d'imager la manifestation des atomes. Pour éviter toute contamination de la surface et de la pointe, il est nécessaire de travailler sous ultravide où, à cause des facteurs de qualité importants des leviers, l'imagerie s'effectue en mode non-contact.

de limiter les effets indésirables du champ électrique de fuite émanant des flancs de la pointe. L'utilisation d'une pointe AFM pour explorer une interface air/liquide nécessite l'utilisation de pointes à fort rapport d'aspect pour limiter l'influence de la capillarité. Des pointes telles que celles des Fig. III-3 B, C sont en cours d'étude au CPMOH. Enfin, l'analyse métrologique de tranchée ou encore de la rugosité de flanc nécessite le développement ou la modification de pointes ayant des facteurs d'aspect et une forme adaptés à la topographie des structures à imager. Dans ce domaine beaucoup reste à faire ; en particulier, la maîtrise de la croissance de nanotubes de carbone de longueur et d'orientation contrôlées est une voie qui, bien que très complexe, reste prometteuse. Le FIB sera dans le développement de ces techniques alternatives un outil indispensable.

Pour les besoins du champ proche optique Karraï [12] a introduit un capteur de force basé sur l'utilisation d'un diapason. Aujourd'hui l'utilisation de ce capteur s'est banalisée. En effet ces capteurs possèdent une rigidité importante ($k \approx 3000 \text{ N m}^{-1}$ pour les moins rigides) rendant toute instabilité mécanique impossible. De plus, le facteur de qualité des diapasons est très élevé ($Q > 5000$). Ces capteurs nécessitent toutefois l'ajout d'une sonde pour être utilisés comme capteurs de force. Traditionnellement une fibre optique effilée ou une pointe STM est collée à l'extrémité d'un bras. Malheureusement, le mode de collage ainsi que le déséquilibre entre les masses des deux bras détériorent considérablement le facteur de qualité. Nous avons montré³⁶ que le FIB permet de rapporter une pointe sur un diapason par soudure via un dépôt de métal (Fig. III-4). La masse ajoutée étant faible cette procédure n'affecte pas notablement le facteur de qualité. Quand bien même ce facteur serait dégradé par l'ajout de la masse de la pointe, il est possible de rééquilibrer le diapason par l'usinage de trous dans ses bras (Fig. III-4 D). Cette procédure permet d'obtenir des facteurs de qualité aussi bons sinon meilleurs que ceux des diapasons non fonctionnalisés [13].

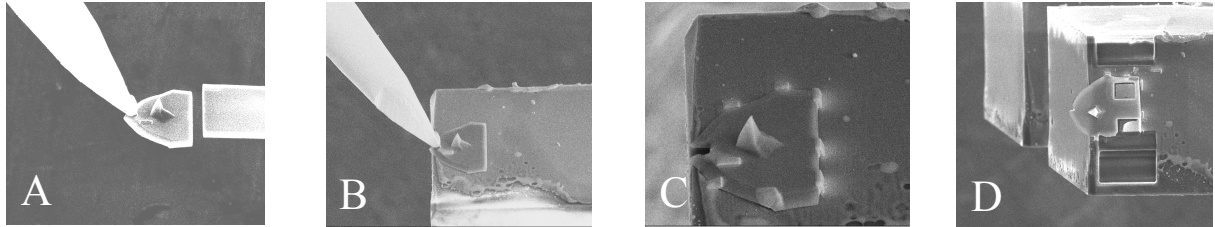


Fig. III-4 : Exemple de collage à l'aide d'un FIB d'une pointe AFM sur un bras de diapason. (A) découpe de la pointe, (B) micromanipulation et transport de la pointe, (C) soudure par 7 plots de tungstène de la pointe sur un bras du diapason, (D) compensation de la masse de la pointe par excavation du levier.

Enfin grâce à son facteur de qualité important et à la grande précision dans la mesure du glissement de fréquence, ce système peut être utilisé comme sonde pour la mesure de la constante de raideur de microsystemes mécaniques³⁷ [13].

III.3.2. Caractérisation de charges piégées par EFM

Il est aujourd'hui possible d'élaborer des couches de SiO_2 contenant une densité de quelques 10^{11} cm^{-2} nodules de Si. Ces nodules, dont la taille est inférieure à 10 nm, peuvent être chargés ou déchargés, par effet Fowler-Nordheim, à travers une couche fine de SiO_2 en polarisant une grille de commande. Inclus dans une grille flottante, ces nanoréservoirs de charges seront utilisés pour le stockage local de l'information. La possibilité de charger

³⁶ Une partie de cette étude est le fruit du travail postdoctoral effectué dans notre laboratoire par M. Faucher.

³⁷ La constante de raideur minimale mesurable est égale à : $k_{\min} = \sqrt{\frac{2k_B T B_{\text{Hz}}}{\pi A^2 v_0 Q}}$

localement un groupe de nodules à l'aide d'une pointe AFM, puis d'observer la charge injectée en mode EFM a suscité un vif intérêt³⁸. Sur le pôle grenoblois plusieurs laboratoires (LEPES, ESRF, LETI) ont uni leur effort pour l'étude du chargement de matériaux fabriqués au LETI. L'ensemble des résultats obtenus est exposé dans la thèse de R. Dianoux [14] et dans les références [15-17]. A titre d'exemple des résultats obtenus, la Fig. III-5 montre l'image topographique et l'image EFM de charges injectées dans un oxyde de silicium de 7 nm d'épaisseur [17]. L'observation en mode topographique (Fig. III-5 A) révèle une "bosse électrique" causée par l'addition d'un potentiel attractif induit par les charges au potentiel de van der Waals. L'image EFM montre le glissement de phase³⁹ du levier excité à sa fréquence de résonance ω_∞ . Le sens du glissement dépend du signe de la tension appliquée à la pointe ou encore du signe de la charge (Fig. III-5 B). En répétant l'acquisition sur la même ligne, il est possible d'observer l'évolution d'un profil du nuage de charge et d'en déduire les temps de rétention. Ceux-ci sont de l'ordre de quelques minutes pour des charges piégées dans du SiO₂ et de quelques heures pour des charges piégées dans un oxyde contenant des nodules de Si [14].

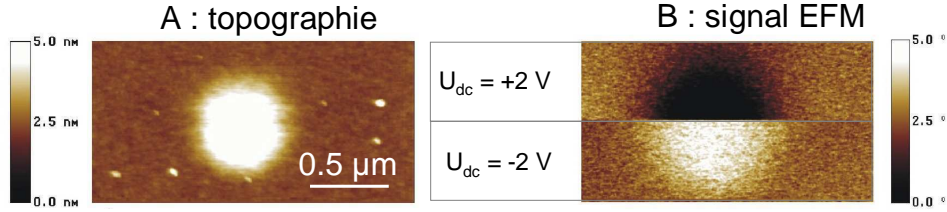


Fig. III-5 : Image topographique et image de phase obtenues sur une couche de SiO₂ de 7 nm d'épaisseur chargées pendant 10 s avec une tension de 10 V. L'image de phase est obtenue pour une distance $D = 100$ nm et pour une tension de pointe de 2 V dans la partie supérieure de l'image et -2 V dans la partie inférieure.

Le comportement dynamique du levier dans un potentiel électrique stationnaire a également été étudié. En l'absence de charges piégées et en écrivant la force électrique sous la forme $F_{elec} = -C_\alpha / z^\alpha$, le viriel se calcule sous la forme de fonctions hypergéométriques ; nous avons [3]:

$$\langle F_{elec}, z \rangle = \frac{AC_\alpha}{(D-A)^\alpha} \left[F\left(\alpha; \frac{1}{2}; 1; -\frac{2A}{D-A}\right) - F\left(\alpha; \frac{3}{2}; 2; -\frac{2A}{D-A}\right) \right]. \quad (2.21)$$

En portant (2.21) dans (2.11) nous obtenons la courbe de variation de l'amplitude en fonction de la fréquence d'excitation. Les valeurs $\alpha = 1$ et $\alpha = 2$ correspondent aux cas limites où la pointe peut être assimilée à une sphère et vibre respectivement près ou loin de la surface. Pour des distances intermédiaires la valeur $\alpha \approx 1,5$ est proposée [18]. Ces différents régimes ont été étudiés [16,18,19] et les résultats expérimentaux sont, qualitativement, en bon accord avec ceux prédits par la relation (2.11). Pour des valeurs importantes de l'amplitude, en portant l'expression asymptotique de la relation (2.21) dans la formule (2.7) du déplacement fréquentiel, nous obtenons :

$$\Delta\omega \equiv \omega_\infty - \omega_0 = \frac{\omega_\infty}{k} \frac{1}{A^{3/2}} \Delta\omega_N \quad : \quad \Delta\omega_N = \frac{C_\alpha}{(D-A)^{\alpha-1/2}} \frac{\Gamma(\alpha-1/2)}{\sqrt{2\pi}\Gamma(\alpha)} \quad (2.22)$$

³⁸ Une revue bibliographique complète ainsi qu'un état de l'art sont présentés dans la référence [14].

³⁹ La mesure physiquement pertinente est celle du glissement de fréquence de résonance $\Delta\omega_0$; pour des raisons de commodité expérimentale on mesure souvent le glissement de phase $\Delta\phi(\omega_\infty)$ du levier. Ces deux quantités sont reliées simplement par la relation $\Delta\phi(\omega_\infty) = 2Q \frac{\Delta\omega_0}{\omega_\infty}$.

où $\Delta\omega_N$ est une fonction ne dépendant que de la distance moyenne entre la pointe et la surface⁴⁰.

En présence de charges piégées, le calcul de l'énergie électrique est complexe. Une simplification souvent utilisée consiste à assimiler la capacité pointe-surface à une capacité planaire de surface S . Dans ces conditions nous obtenons l'expression suivante de W_{elec} [14] :

$$W_{elec} = \frac{1}{2} \frac{\epsilon_0 \epsilon_{SiO_2} S}{D \epsilon_{SiO_2} + d_{SiO_2}} \left[U_{ps} - \frac{q d_{SiO_2}}{\epsilon_0 \epsilon_{SiO_2} S} \right]^2. \quad (2.23)$$

Les relations (2.23) et (2.18) permettent de calculer la charge minimum q_{min} mesurable. Nous obtenons, selon l'épaisseur d_{SiO_2} de la couche d'oxyde de silicium, une valeur de q_{min} variant de la dizaine à quelques centaines d'électrons.

Ces études ont trouvé un prolongement naturel dans un programme idNano de détection et contrôle des forces faibles en nanophysique. Ce projet associe SPECTRO, le LEPES et le LETI. L'enjeu expérimental est la détection de la charge ou du photon unique.

III.3.3. Analyse locale du travail de sortie

La mesure du travail de sortie est en microélectronique un enjeu important. En effet la tension de seuil V_T de déclenchement d'un transistor MOS dépend, entre autres, de la différence du travail de sortie entre le silicium dopé du canal et la grille. Aujourd'hui la grille est en polysilicium fortement dopé ; l'ITRS 2005 [1] prévoit l'introduction de grilles métalliques déposées sur un diélectrique de haute permittivité⁴¹. Le contrôle des procédés permettant le façonnage du travail de sortie de ces grilles métalliques pose des problèmes d'ingénierie extrêmement complexes. Le mode KFM, de par ses possibilités de mesure simple, rapide et non destructive du travail de sortie, pourra être utilisé comme une technique de proximité pour le contrôle des procédés de fabrication.

Les possibilités intrinsèques du mode KFM sont fixées par la plus petite valeur U_{cdpmin} de potentiel de sortie mesurable ainsi que par sa résolution spatiale. La relation (2.18) permet d'écrire U_{cdpmin} sous la forme suivante [3]:

$$U_{cdpmin} = \sqrt{4ck_B T B_{[Hz]}} \frac{1}{U_{ac}} \left(\frac{\partial C(D)}{\partial z} \right)^{-1} \quad (2.24)$$

où les notations sont conformes à celles du § III.2.2.

La relation (2.24) montre que le choix des paramètres de mesure résulte d'un compromis entre la sensibilité et la résolution spatiale. Nous avons montré qu'en travaillant à la pression atmosphérique il est possible d'obtenir une sensibilité meilleure que 5 mV. Cette sensibilité est largement suffisante pour la plupart des applications (sous ultravide la sensibilité est 10 fois meilleure). La résolution spatiale dépend, quant à elle, de la hauteur D à laquelle la pointe vibre et du rayon R de l'apex de la pointe. Lorsque $D \gg R$, la résolution spatiale est de l'ordre de $2 \times D$ [19]⁴².

⁴⁰ La normalisation (2.22) est valable pour des formes variées de potentiel d'interaction et conduit toujours à une expression de $\Delta\omega_N$ ne dépendant que la distance pointe/surface [20].

⁴¹ Il semble raisonnable aujourd'hui de penser que cette brique hight-k/grille métallique pourrait être introduite dans les produits en 2010 (nœud 45 nm).

⁴² En pratique la hauteur D varie entre 50 nm et 100 nm.

Afin d'obtenir des valeurs absolues du travail de sortie de matériaux inconnus, il est nécessaire de mesurer celui de la pointe sur un matériau de référence stable. Les résultats que nous avons obtenus par cette méthode sur des métaux sont en parfait accord avec ceux mesurés sur les mêmes échantillons à l'aide de la sonde Kelvin par la société KP-Technology (Fig. III-6 A). La valeur du travail de sortie est fortement affectée par l'état de la surface et, en particulier, par la présence d'absorption d'eau [21]. Pour limiter cette contamination, nous avons modifié notre AFM de manière à ce qu'il puisse travailler sous une atmosphère sèche de N_2 .

Nous allons illustrer les résultats que nous avons obtenus par deux exemples. Le premier concerne la mesure du travail de sortie des métaux « midgap » (Fig. III-6). Les métaux étudiés (WSi_x , W, WN, Ti) présentent, selon le mode d'élaboration (en abscisse) et la position de la mesure sur l'échantillon (en ordonnée), une dispersion autour de la valeur cible de 4,6 eV. Il est important de garder à l'esprit que la valeur du travail de sortie affecte la tension de seuil et celle à l'interface entre le métal et l'oxyde de haute permittivité. La valeur de ce travail de sortie peut être obtenue par extraction des paramètres d'une courbe $C(V)$ acquise sur des capacités tests. Néanmoins la connaissance du potentiel de sortie de surface fournit une aide précieuse pour l'interprétation des phénomènes souvent complexes gouvernant le potentiel de sortie à l'interface.

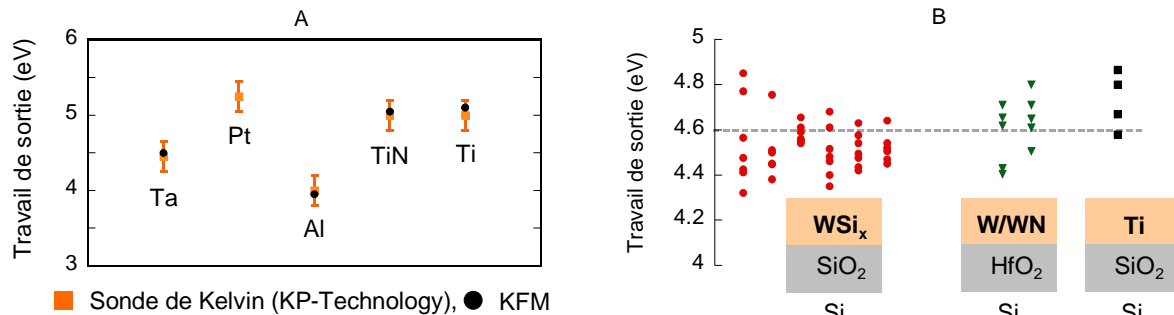


Fig. III-6 : (A) Comparaison des travaux de sortie obtenus par KFM et par la sonde de Kelvin, (B) Image des travaux de sortie obtenus par KFM sur des métaux "midgap".

Comme deuxième exemple, nous présentons une étude menée en commun avec STMicroelectronics et SPINTEC sur des dépôts électrochimiques de cuivre ayant subi un polissage mécano-chimique [21]. La topographie (Fig. III-7 A) montre la présence de grains et d'une faible rugosité résiduelle. L'image KFM (Fig. III-7 B) révèle trois valeurs du potentiel de sortie. Une image de l'orientation cristalline obtenue par EBSD (Fig. III-7 C) montre une correspondance univoque entre le potentiel de sortie et l'orientation du grain. Le travail de sortie mesuré est d'autant plus important que les densités surfaciques d'atomes sont importantes ce qui est en accord avec les prédictions théoriques [22].

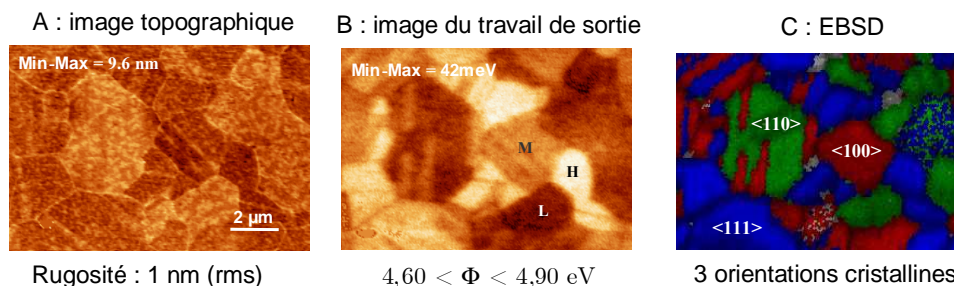


Fig. III-7 : (A) Image topographique, (B) Image KFM du potentiel de sortie, (C) Image EBSD des orientations cristallines obtenues sur la même zone d'un échantillon de cuivre.

La poursuite de ces travaux s'inscrit dans les recommandations de l'ITRS qui pointe la technique KFM comme nécessaire pour le développement du nœud 45 nm. Nos travaux aujourd'hui portent sur l'amélioration de la sensibilité par la mise en œuvre d'une électronique spécifique et l'amélioration de la résolution spatiale en utilisant des pointes à fort rapport d'aspect (voir § III.3.1).

III.3.4. Analyse locale de la densité de dopants

La mesure spatialement résolue (<10 nm) des profils 2D de densité de porteurs dans les zones actives des transistors est un enjeu extrêmement important. Ce besoin a déclenché un effort expérimental considérable pour la mise en œuvre d'outils d'analyse permettant la mesure locale de la densité de porteurs avec une dynamique couvrant la gamme de 10^{15} à 10^{21} cm⁻³ et une précision meilleure que 5%. Aujourd'hui les microscopies à sonde locale et l'holographie électronique sont des candidats dont il est nécessaire d'évaluer les potentialités et les limites. Dans ce contexte notre laboratoire s'est équipé en 2001 d'un AFM avec des modules permettant la mesure localisée de la résistance d'étalement entre une pointe et un substrat (SSRM) (Fig. III-8), ou la mesure localisée de la capacité MOS entre une pointe et un substrat (SCM). Ces études ont fait l'objet du travail postdoctoral de L. Ciampolini [23] et de M. Faucher et du stage de diplôme de recherche technologique de C. Rascon [24]. La préparation de surfaces biaises par le polissage d'un biseau a donné lieu au stage de master pro de J. B. Dandonneau [25]. Nous ne présentons ici que les résultats obtenus par SSRM.

Idéalement la résistance d'étalement $R_{Maxwell}$ entre un conducteur de résistivité nulle et un substrat semi-infini de résistivité ρ , est égale à

$$R_{Maxwell} = C\rho/a \quad (2.25)$$

où a représente une dimension caractéristique de la zone de contact et C une constante dépendant uniquement de la forme du contact⁴³. La conductivité $\sigma_{n,p}$ d'un semi-conducteur de type n ou p est égale à⁴⁴ : $\sigma_{n,p} = ne\mu_{n,p}(n)$. En portant cette expression dans (2.25) nous constatons que la résistance d'étalement est inversement proportionnelle à la densité n de porteurs (à la variation de la mobilité près). Ce fait confère à la SSRM une grande dynamique qui permet l'analyse de taux de dopage variant de 10^{15} à 10^{21} cm⁻³. Loin du contact, la source de courant peut être considérée comme ponctuelle et, asymptotiquement, le potentiel décroît dans le substrat de manière inversement proportionnelle à la distance au point de contact. Ainsi 90% de la chute du potentiel advient sur une distance de l'ordre de $10 \times a$. Le volume sondé est celui du proche voisinage de la zone de contact. Pour des pointes de faible rayon d'apex, la SSRM permet d'effectuer une mesure locale du taux de dopage. Autrement dit, pour un substrat de résistivité $\rho(x,y,z)$ variant peu sur une distance de $10 \times a$, la relation (2.25), valable pour un substrat homogène, reste applicable à condition de prendre pour la résistivité courante celle du matériau situé directement sous la pointe. Si la résistivité variait notablement sur une distance a , seule la résolution d'un problème inverse permettrait de remonter au taux de dopage.

⁴³ La relation (2.25) s'obtient à partir de considérations simples sur les dimensions des grandeurs physiques impliquées. Pour un contact circulaire, a est le rayon du contact et $C = 0,25$. Pour un contact hémisphérique, a est le rayon de la demi-sphère du contact et $C = 1/2\pi$.

⁴⁴ Le champ électrique \mathcal{E} sous la pointe est de l'ordre de $\approx U/a$. Pour $U = 1V$ et $a = 10nm$, $\mathcal{E} = 10^6 V/cm$; pour de telles valeurs de champ la vitesse de dérive commence à tendre vers la vitesse de saturation.

En pratique la SSRM s'éloigne beaucoup de ce schéma idéalisé. Sur du silicium, le contact électrique n'est établi que pour des pressions supérieures à 10 GPa. Le mécanisme invoqué pour expliquer le déclenchement de la conduction serait la transformation à haute pression de la phase semi-conductrice du Si en sa phase métallique β -Sn. De telles pressions nécessitent que des forces élevées ($> 1 \mu\text{N}$) soient appliquées au levier. Pour une bonne tenue tribologique les pointes sont recouvertes de cristaux de diamant fortement dopé B. La résolution spatiale est déterminée par la taille de l'apex du grain terminal. Schématiquement la résistance Z mesurée

$$Z = R_{\text{pointe}} + R_{\text{contact}}(U) + R_{\text{Maxwell}} + R_{\text{face-arrière}} \quad (2.26)$$

est la somme de quatre contributions. Les pointes ont une résistivité finie ; leur résistance de constriction R_{pointe} ($R_{\text{pointe}} \approx 10 \text{ k}\Omega$) devient, pour des taux de dopage important ($> 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) du silicium, équivalente à R_{Maxwell} . La mesure des forts taux de dopage est donc délicate. La résistance du contact sur la face arrière $R_{\text{face-arrière}}$ peut être minimisée par l'utilisation d'un eutectique du Si (GaIn) recouvert de laque d'argent. Le contact pointe/échantillon est redresseur ; il est modélisé par la résistance non-linéaire $R_{\text{contact}}(U)$. Enfin une bonne préparation des échantillons est essentielle. La rugosité résiduelle limite la résolution spatiale de la mesure ; en outre la densité d'états de surface dépend du mode de préparation (polissage ou clivage). Cette densité d'états influe sur la mesure des faibles taux de dopage.

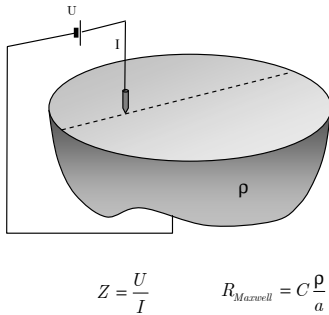


Fig. III-8 : Schéma de principe de la méthode SSRM. Nous mesurons la résistance $Z = U/I$ au passage du courant I entre une pointe portée au potentiel U et la face arrière du substrat porté au potentiel nul. Si la résistance de la pointe, du contact pointe/surface et du contact face arrière sont négligeables, Z est la résistance d'étalement. Dans ce cas $R_{\text{Maxwell}} = C\rho/a$ et, comme $\sigma = ne\mu(n)$, la résistance d'étalement est inversement proportionnelle à la densité n de porteurs de charges

La Fig. III-9 illustre les possibilités de la SSRM. Nous représentons le profil bidimensionnel de la résistance d'étalement d'une section droite d'un transistor MOS de largeur de grille submicronique. Ces profils ont été acquis en utilisant une pointe en silicium dopé recouverte de grains de diamant fortement dopés. Les leviers ont une constante de raideur importante (40 Nm^{-1}) permettant d'obtenir sous la pointe une pression supérieure à 10 GPa. Les zones source et drain fortement dopées sont clairement visibles (Fig. III-9 A, B), ainsi que les grains du polysilicium de grille (Fig. III-9 A) et les extensions de dopage sous la grille (Fig. III-9 B). Nous constatons cependant que la résolution spatiale n'est pas suffisante pour distinguer l'oxyde de grille dont l'épaisseur est de l'ordre de 5 nm.

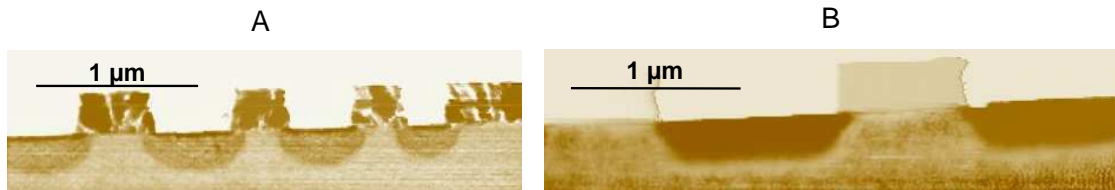


Fig. III-9 : (A) Image SSRM obtenue sur un transistor MOS : les grains du polysilicium sont visibles ainsi que les sources et drains fortement dopés, (B) Image SSRM sur un transistor MOS révélant les extensions du dopage sous la grille. La concentration de porteurs est donnée en unité arbitraire.

Les profils de concentration de porteurs sont représentés en unité arbitraire. La part originale de cette étude a été précisément de définir un protocole expérimental permettant la quantification de ces profils. Pour ce faire, des échantillons de calibrage constitués de paliers de dopage ont été réalisés par épitaxie (Fig. III-10). Cette méthode conduit à une activation pratiquement totale des dopants ; en outre pour les taux de dopage utilisés (10^{15} à 10^{19} at/cm³) les longueurs de Debye sont faibles ; ainsi les profils de concentration de porteurs et de dopants sont pratiquement confondus. La largeur des paliers (400 nm) est suffisamment faible pour éviter une usure prématurée des pointes pendant la phase de calibrage. Le profil $\rho(z)$ de concentration de porteurs obtenu par microanalyse d'ions secondaires (SIMS) (Fig. III-10 A) et celui $R(z)$ de résistance d'étalement obtenu par SSRM (Fig. III-10 B) permettent d'obtenir la courbe de calibrage $R(\rho)$.

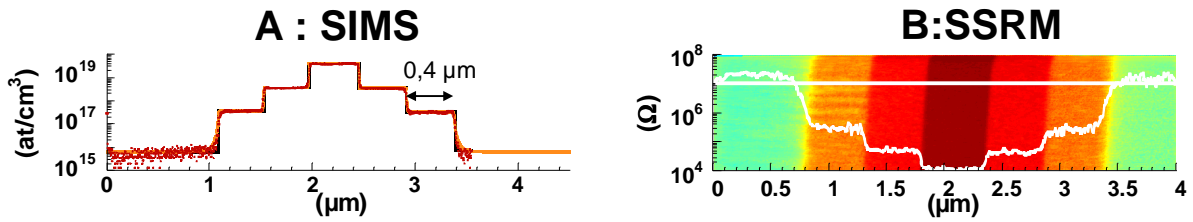


Fig. III-10 : Exemple d'un échantillon de calibrage obtenu par épitaxie de silicium dopé bore. (A) Profil SIMS montrant une succession de 5 paliers de dopage d'une largeur de 400 nm et permettant de couvrir des concentrations de dopage variant de 10^{15} at/cm³ (substrat et couche d'encapsulation) à environ 10^{19} at/cm³. (B) Image de la résistance d'étalement obtenue sur une section droite de cet échantillon de calibrage.

Nous avons également établi, à l'aide d'échantillons témoins, le pouvoir « de discrimination spatiale » de la SSRM. Les résultats obtenus (Fig. III-11) montrent qu'une estimation de 20 nm est raisonnable. L'origine physique de cette limitation n'est pas clairement établie : est-elle fixée par la taille de l'apex de la pointe ou bien par la taille de la poche de Si β-Sn présente sous la pointe ? Quoi qu'il en soit, il ne sera pas possible, à l'aide de cette technique, d'obtenir une « résolution spatiale » de quelques nanomètres, résolution qui sera requise par les micro et nanotechnologies du futur.

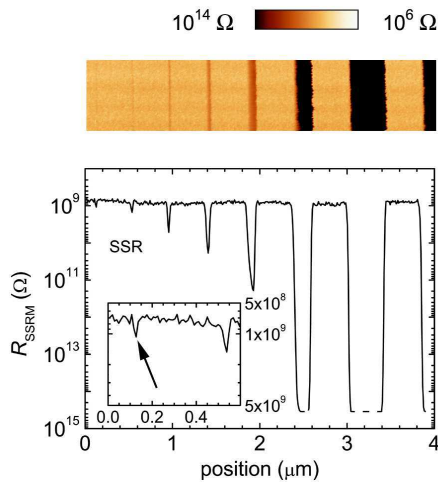


Fig. III-11 : Exemple de la mesure d'un profil bidimensionnel de la résistance d'étalement obtenu par SSRM sur un échantillon témoin réalisé par épitaxie de zones de silicium alternativement dopées au bore avec des concentrations respectivement égales à 10^{19} at/cm³ et 10^{15} at/cm³. Les largeurs des zones non dopées sont respectivement égales à 10, 20, 30, 40, 50, 100, 200 nm. Les points utilisées sont en silicium recouvert de grains de diamant dopés au bore. Les paliers d'une largeur supérieure à 20 nm sont clairement visibles sur l'image ainsi que sur la coupe moyennée des profils. En revanche la zone non dopée de largeur égale à 10 nm est difficilement détectable. Nous constatons sur la coupe moyennée des profils une diminution de la résistance d'étalement lorsque la largeur des zones dopées diminue.

Une autre limitation importante de la SSRM reste sa difficulté à quantifier les fortes concentrations de porteurs ($>10^{19}$ cm⁻³). En effet, dans ces conditions, la résistance de constriction R_{pointe} de la pointe devient équivalente, sinon supérieure, à la résistance

d'étalement. Des études menées conjointement avec le LGEP montrent qu'il est possible d'imager avec de faibles pressions (qui restent toutefois de l'ordre de 1 GPa !). Dans ces conditions les résistances mesurées sont extrêmement importantes et ne peuvent être acquises que grâce à une instrumentation spécifique développée au LGEP⁴⁵. Les résultats obtenus sont extrêmement encourageants et justifieraient une étude plus approfondie.

III.3.5. Mesure locale de la résistivité

Aujourd'hui, en microélectronique, la mesure de la résistivité des couches minces est effectuée soit grâce à la technique quatre pointes (4P) avec une résolution au mieux millimétrique (Fig. III-12), soit avec une résolution micrométrique sur des motifs van der Pauw. La réalisation dans les années 2000 de capteurs μ 4P, permettant une résolution micrométrique, offre des perspectives extrêmement intéressantes dans de nombreux domaines des nanosciences.

Nous avons, dans le cadre d'une collaboration avec un industriel, évalué les possibilités d'une mesure spatialement résolue sur des échantillons de la microélectronique. La partie expérimentale de cette étude a fait l'objet du Diplôme d'Etudes Technologiques (DRT) de J. B. Dandonneau [25].

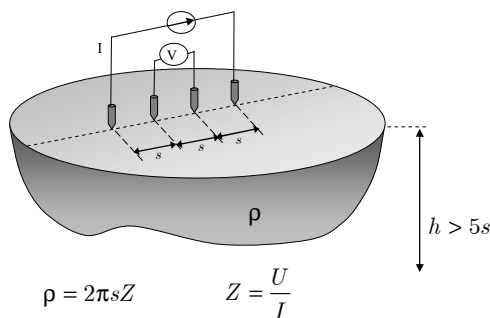


Fig. III-12 : Schéma de principe de la méthode quatre pointes (4P). Quatre points alignés régulièrement sont espacés d'une distance s . Les deux points extrêmes permettent d'injecter un courant I , les deux autres électrodes permettent, à l'aide d'un voltmètre à haute impédance d'entrée, la mesure de la tension U . Lorsque la mesure s'effectue sur un substrat, l'impédance $Z = U/I$ est reliée à la résistivité par la relation $\rho = 2\pi s Z$. Dans le cas où la mesure s'effectue sur une couche d'épaisseur h déposée sur un substrat de résistivité infinie, la résistivité de la couche est égale à $\rho = \pi h Z / \log 2$.

Le capteur μ 4P que nous avons utilisé est adaptable sur une tête AFM. Il est constitué de quatre bras en SiO_2 recouvert d'or (Fig. III-13). La faible rigidité ($\approx 10 \text{ Nm}^{-1}$) des bras permet une mesure non destructive contrairement à la mesure 4P qui laisse des impacts dans le matériau analysé. Les bras ont une largeur de $5 \mu\text{m}$ et sont espacés d'une distance s au mieux égale à $5 \mu\text{m}$. La comparaison effectuée entre les mesures 4P et μ 4P, sur des couches métalliques déposées sur Si, montre un accord meilleur que 10% [25].

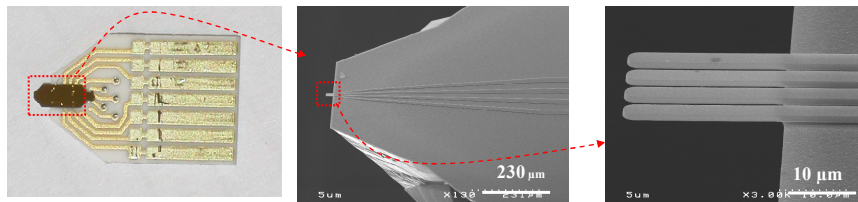


Fig. III-13 : Grossissements successifs du μ 4P montrant les connexions électriques, l'arrivée des connexions sur les quatre pointes et une image MEB des quatre leviers.

La partie originale de notre étude concerne la mesure μ 4P sur des motifs de petites dimensions consistant en (i) des épitaxiées sélectives ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$ à $800 \times 800 \mu\text{m}^2$) de SiGe dopées au bore sur du Si dopé B à 10^{15} at/cm^3 , (ii) des lignes de cuivre dont la largeur varie de 8 à $14 \mu\text{m}$ et dont l'épaisseur est égale à 160 nm. Sur des motifs de taille réduite

⁴⁵ Le LGEP a développé une instrumentation (le « RESISCOPE ») permettant la mesure de résistances d'étalement comprises entre $10^2 \Omega$ et $10^{12} \Omega$.

l'extraction de la résistivité ρ d'une couche à partir de l'impédance Z nécessite la résolution de l'équation électrocinétique. Sur des motifs rectangulaires de dimension $l \times l'$, lorsque l'épaisseur h de la couche est faible par rapport à l'écartement entre les pointes, nous avons montré que [26] :

$$Z = \frac{\rho_1}{2\pi h_1} \log \left| \frac{\sin^2(mz_4, k) - \sin^2(mz_2, k)}{\sin^2(mz_1, k) - \sin^2(mz_2, k)} \frac{\sin^2(mz_4^*, k) - \sin^2(mz_2, k)}{\sin^2(mz_1^*, k) - \sin^2(mz_2, k)} \frac{\sin^2(mz_1, k) - \sin^2(mz_3, k)}{\sin^2(mz_4, k) - \sin^2(mz_3, k)} \frac{\sin^2(mz_1^*, k) - \sin^2(mz_3, k)}{\sin^2(mz_4^*, k) - \sin^2(mz_3, k)} \right| \quad (2.27)$$

où $z_{1,2,3,4}$ représentent les cotes des quatre pointes dans le plan complexe et où l'argument k des sinus elliptiques est donné par l'équation implicite : $m = K(k)/l = K'(k)/l'$.

Un autre point important concerne le calcul de l'impédance d'un milieu stratifié constitué de N couches d'épaisseurs h_i et de résistivité ρ_i déposées sur un substrat de résistivité ρ_{N+1} . Nous avons montré que dans ce cas Z est égal à [26] :

$$Z(s) = \frac{\rho_1}{2\pi s} \left[1 + 4s \int_0^\infty \frac{K(\lambda) - 1}{2} (J_0(\lambda s) - J_0(2\lambda s)) d\lambda \right] \quad (2.28)$$

Le noyau $K(\lambda)$ est déterminé par le schéma récursif suivant

$$K=1 ; \text{ do } ii=N-1:1:0; K = \frac{\rho(ii+1)\tanh(\lambda h(ii+1)) + \rho(ii+2)K}{\rho(ii+1) + \rho(ii+2)\tanh(\lambda h(ii+1))K}; \text{ end} \quad (2.29)$$

Le calcul de (2.28) ainsi que son application aux couches à gradient de résistivité sont reportés en détail dans la référence [26].

Si la technique $\mu 4P$ offre des possibilités intéressantes de mesures localisées de la résistivité, à ce jour, elle n'est pas suffisamment mature pour être utilisée de manière routinière dans l'industrie de la microélectronique. En effet le revêtement en or des pointes ne résiste qu'à un nombre très limité de mesures [25].

III.4 Conclusion

Les techniques de champ proche sont aujourd'hui indispensables au développement des micro et nanotechnologies. En effet elles permettent d'obtenir des images topographiques avec une résolution sub-nanométrique, de déplacer des nano-objets (nanotube, nanofils, nodules...), de fabriquer par nanolithographie de nouveaux dispositifs (transistor à électron unique, nano-connexion...), d'obtenir des cartographies spatialement résolues de propriétés mécaniques ou physicochimiques. Si le mode KFM et la mesure locale 4-pointes permettent d'obtenir « directement » des valeurs de différences de travaux de sortie ou de résistivité, la plupart des techniques de microscopie à sonde locale ne donnent que des informations qualitatives. Cette difficulté peut être en partie résolue en utilisant des échantillons de calibrage obtenus, dans le cas du champ proche électrique, à l'aide des procédés de fabrication utilisés en microélectronique. Un autre axe de développement consistera dans la mise en œuvre de capteurs de force plus sensibles et mieux résolus. Si l'usinage par faisceaux d'ions focalisés permet l'obtention de prototypes, il ne permet pas une fabrication collective de capteurs. Un espoir réside dans la mise en œuvre d'un procédé collectif, stable, robuste et reproductible de croissance de nanotubes de carbone (ou de nanofils) de longueur et d'orientation contrôlées à l'extrémité de pointes.

Bibliographie

- 1 International Technology Roadmap for Semiconductors, <http://public.itrs.net/>, San José Semiconductor Industry Association, (2005)
- 2 A. Maali, T. Cohen-Bouhacina, C. Jai, C. Hurth, R. Boisgard, D. Mariolle, and F. Bertin, "Reduction of the cantilever hydrodynamic damping near a surface by ion-beam milling," J. Appl. Phys. **99**, 024908 (2006).
- 3 F. Bertin, "AFM: comportement linéaire et non linéaire", Rapport.LETI/DPTS, 2003.
- 4 F. Bertin, "AFM: mode statique", Rapport.LETI/DPTS, 2004.
- 5 F. Bertin, "AFM: mode dynamique", Rapport.LETI/DPTS, 2004.
- 6 F. Bertin, "Cours de microscopie à force atomique", Rapport.LETI/DPTS, 2005.
- 7 T. Ouisse, M. Stark, F. Rodrigues-Martins, B. Bercu, S. Huant, and J. Chevrier, "Theory of electric force microscopy in the parametric amplification regime," Phys. Rev. B **71** (20), 205404 (2005).
- 8 T. Ouisse, F. Martins, M. Stark, S. Huant, and J. Chevrier, "Signal amplitude and sensitivity of the Kelvin probe force microscopy," Appl. Phys. Lett. **88** (4), 043102-043103 (2006).
- 9 F. Reif, "Fundamentals of statistical and thermal physics". (Mc Graw Hill, 1965)
- 10 F. Bertin, "AFM: amortissement hydrodynamique du levier", Rapport.LETI/DPTS, 2004.
- 11 J. E. Sader and S. P. Jarvis, "Accurate formulas for interaction force and energy in frequency modulation force spectroscopy," Appl. Phys. Lett. **84** (10), 1801-1803 (2004).
- 12 K. Karrai and R. Grober, "Piezo-electric tuning fork tip-sample distance control for near field optical microscopes," Ultramicroscopy **61**, 197-205 (1995).
- 13 M. Faucher, N. Rochat, and F. Bertin, "Stiffness measurement method on MEMS/NEMS using the frequency variation of a tuning fork," soumis à Appl. Phys. Lett. (2005).
- 14 R. Dianoux, "Injection et détection de charges dans des nanostructures semiconductrices par Microscopie à Force Atomique," UJF, 2004.
- 15 R. Dianoux, H. J. H. Smilde, F. Marchi, N. Buffet, P. Mur, F. Comin, and J. Chevrier, "Kinetic roughening of charge spreading in a two-dimensional silicon nanocrystal network detected by electrostatic force microscopy," Phys. Rev. B **71** (12), 125303-125301,125307 (2005).
- 16 R. Dianoux, F. Martins, F. Marchi, C. Alandi, F. Comin, and J. Chevrier, "Detection of electrostatic forces with an atomic force microscope: Analytical and experimental dynamic force curves in the nonlinear regime," Phys. Rev. B **68**, 045403-045406 (2003).
- 17 C. Guillemot, P. Budau, J. Chevrier, F. Marchi, F. Comin, C. Alandi, F. Bertin, N. Buffet, C. Wyon, and P. Mur, "Imaging of stored charges in Si quantum dots by tapping and electrostatic force microscopy," Europhysics-Letters **59** (4), 566-571 (2002).
- 18 M. J. Gordon and T. Baron, "Amplitude-mode electrostatic force microscopy in UHV: Quantification of nanocrystal charge storage," Phys. Rev. B **72**, 165420 (2005).
- 19 G. Leveque, P. Cadet, and R. Arinero, "Sensitivity and resolution in noncontact electrostatic force microscopy in the case of a constant potential," Phys. Rev. B **71** (20), 205419 (2005).
- 20 F. J. Giessibl, "Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy," Phys. Rev. B **56** (24), 16010-16015 (1997).
- 21 N. Gaillard, M. Gros-Jean, D. Mariolle, F. Bertin, , and A. Bsiessy, " Method to assess the grain crystallographic orientation with a submicronic spatial resolution using Kelvin probe force microscope," Appl. Phys. Lett. **89** (15), 154101-3 (2006).
- 22 R. Smoluchowski, "Anisotropy of the Electronic Work Function of Metals," Physical Review **60** (9), 661-674 (1941).
- 23 L. Ciampolini, F. Bertin, J.-M. Hartmann, N. Rochat, P. Holliger, F. Laugier, and A. Chabli, "Ultrathin oxides for the SCM analysis of sub-micron doping profiles," Materials-Science-&Engineering-B-Solid-State-Materials-for-Advanced-Technology. **102** (1-3), 113-118 (2003).
- 24 C. Rascon, "Caractérisation 2D de dopants par microscopie de Spreading Resistance", Rapport.DRT, 2003.
- 25 J.-B. Dandonneau, "Mesures de résistivité locale à l'aide d'un dispositif quatre pointes", Rapport.DRT, 2005.
- 26 F. Bertin, "Analyse des facteurs de correction dans les méthodes 1-, 2-, 4-pointes", Rapport.LETI/DPTS, 2005.

IV Perspectives

IV.1 Introduction

Notre laboratoire, dans le cadre du programme de recherche technologique de base (RTB), s'est doté d'un ensemble de nouvelles méthodes de caractérisation telles que la spectroscopie spatialement résolue de photoélectrons (XPEEM), la microanalyse ionique secondaire à temps de vol (TOF SIMS), l'holographie électronique, l'analyse par rétrodiffusion élastique (MEIS)... Ces nouvelles méthodes de caractérisation suscitent un grand nombre de projets de recherches, dans le cadre de la plateforme de nanocaractérisation de MINATEC et en partenariat avec des laboratoires académiques. De surcroît, la proximité de l'ESRF est un atout incontestable pour la mise en œuvre d'outils uniques de caractérisation ; aussi notre laboratoire contribue à trois projets utilisant le rayonnement synchrotron. Je vais dans ce mémoire me restreindre à la description de l'un d'eux, à savoir la mise en œuvre d'un microscope à champ proche optique spectroscopique travaillant dans l'infrarouge (SNOM IR)⁴⁶.

La spectroscopie FTIR en mode ATR permet de sonder une couche ultrafine à l'aide d'une onde évanescente (§ II.8). La résolution spatiale de cette technique est au mieux de quelques millimètres. L'utilisation d'un microscope infrarouge permet de réduire cette résolution spatiale à celle fixée par le critère de Rayleigh, soit quelques microns. Le projet envisagé consiste en la mise en œuvre d'une méthode permettant d'obtenir une image spatialement résolue (<100 nm) de la signature spectroscopique des modes de vibration localisés à la surface de l'échantillon. La résolution spectrale qui sera d'environ 8 cm^{-1} permettra d'analyser des bandes d'absorption d'une largeur d'environ 16 cm^{-1} . Idéalement cet outil couvrira la bande spectrale de 2 à 15 μm , ce qui permettra, entre autres, l'analyse de bandes vibrationnelles intéressantes pour la microélectronique (Tableau IV-1).

Liaison	Fréquence de vibration (μm)	Liaison	Fréquence de vibration (μm)
HF-O	12,5 - 14,3	Si-CH ₃	7,9
Si-O-C	11,7 - 12,8	Si-H	4,3 - 5
Al-O	11,1	C-H	3,4 - 3,5
Si-O	8 - 10	O-H	2,5 - 3,3

Tableau IV-1 : Tableau récapitulatif de la position spectrale des bandes d'absorption d'intérêt en microélectronique.

Ce projet, initié par le LETI, a fédéré plusieurs laboratoires (LPICM, LNIO, ESRF, SOLEIL, SPECTRO) qui ont défini l'avant-projet d'un SNOM infrarouge. Aujourd'hui cette étude, financée en partie sur des fonds propres du LETI et de l'ESRF, fait l'objet d'une thèse région et d'un travail postdoctoral.

Les techniques de champ proche optique permettent d'obtenir une résolution spatiale meilleure que celle fixée par le critère de Rayleigh. Le principe générique des SNOM est décrit sur la Fig. IV-1. Il consiste, à l'aide d'une nanosonde, à rendre propagatives les ondes évanescentes, communément appelées champ proche, attachées aux fréquences spatiales élevées localisées à la surface de l'échantillon. Pour perturber le champ proche, la nanosonde doit être située au proche voisinage de l'échantillon. Le contrôle de la distance pointe-surface est assuré par les techniques d'asservissement des microscopes en champ proche (§ III.2.5).

⁴⁶ SNOM est l'acronyme de Scanning Near Field Optical Microscope. Cette technique est décrite en détail, par exemple, dans la référence [1].

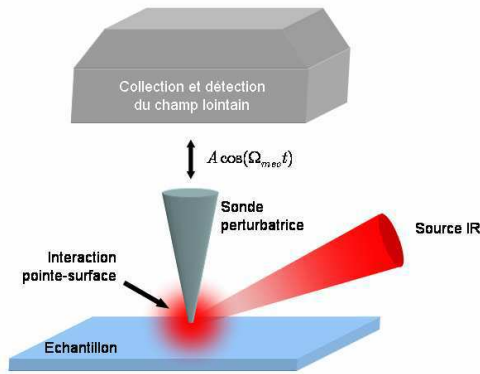


Fig. IV-1 : Schéma synoptique d'un SNOM sans ouverture. Une source de lumière est focalisée sur la surface d'un échantillon. Le champ proche, constitué des ondes évanescentes, attachées aux hautes fréquences spatiales, est transformé en champ lointain par une sonde perturbatrice animée d'un mouvement périodique vertical $A \cos(\Omega_{mec} t)$. Le champ lointain est collecté puis détecté. De manière à extraire ce signal de celui issu du champ diffus, le signal collecté est démodulé par une détection synchrone.

IV.2 Choix de la source

Plusieurs SNOM ont été développés dans l'infrarouge en utilisant soit un laser à électrons libres [2-4], soit un laser à colorant [5,6] ou encore un laser CO₂ [7-13]. La brillance⁴⁷ de ces sources est élevée ; en revanche, les lasers à électrons libres manquent de stabilité et les lasers CO₂ ne sont pas spectroscopiques⁴⁸. Aujourd'hui il existe un consensus pour l'utilisation d'une source alternative : le rayonnement synchrotron. En effet, cette source possède trois particularités extrêmement intéressantes : elle est stable à la fois spatialement et temporellement, son émission est directive, enfin elle couvre une large bande spectrale. L'ESRF qui utilise des électrons relativistes d'énergie $E = 6 \text{ GeV}$, atteint son maximum d'efficacité pour une longueur d'onde $\lambda_c = 0,65 \text{ \AA}$. La densité spectrale du rayonnement synchrotron émis par un électron décroît avec la longueur d'onde⁴⁹. Toutefois une émission résiduelle subsiste dans l'infrarouge⁴⁹. Ce rayonnement IR possède un cône d'émission plus large que celui des photons X qui, de ce fait, peuvent être éliminés du faisceau par un miroir doté d'une fente centrale. Sur la base d'estimations effectuées conjointement par SOLEIL et le LNIO nous obtenons les densités de puissance sous la pointe, récapitulées dans le Tableau IV-2.

Longueur d'onde (μm)	Densité de puissance sous la pointe ($\mu\text{W}/\mu\text{m}^2$)
3	0,08
10	0,04
20	0,003
30	0,001

Tableau IV-2 : Estimation de la densité de puissance, par unité de surface et pour une largeur de bande fixée par : $\Delta\omega / \omega = 10^{-3}$, émise par le rayonnement synchrotron de l'ESRF dans le proche infrarouge.

Ces valeurs ont été obtenues (i) en négligeant les effets de construction cohérente du rayonnement de plusieurs électrons, (ii) en posant $T = 0,35$ la transmittance de l'optique de

⁴⁷ La brillance est définie comme la quantité de puissance par unité de surface et par unité d'angle solide pour une bande passante $\Delta\omega$ telle que $\Delta\omega / \omega = 10^{-3}$.

⁴⁸ Certains auteurs [13] évoquent la possibilité d'utiliser des sources cascades qui se comportent comme un corps noir porté à une température de 12000 K et possédant une dispersion angulaire faible ($< 50 \text{ mrad}$).

⁴⁹ Pour une fréquence d'émission $\omega \ll \omega_c$, un électron relativiste en mouvement circulaire instantané de rayon de courbure ρ , possède une dispersion angulaire d'émission $\theta_c = \frac{1}{\gamma} \frac{2\omega_c}{\omega}$ et un spectre d'énergie $\frac{d^2 I}{d\omega d\Omega}$ par unité d'angle solide égal à $\frac{d^2 I}{d\omega d\Omega} \propto \left(\frac{\omega \rho}{c} \right)^{2/3}$. Nous avons utilisé la notation standard $\gamma = \frac{E}{m_e c^2}$, c étant la vitesse de la lumière et m_e la masse de l'électron au repos.

conditionnement du faisceau, (iii) en fixant la bande d'analyse $\Delta\omega$ de sorte que $\Delta\omega/\omega = 10^{-3}$, (iv) en égalant la surface minimale éclairée S à celle fixée par le critère de Rayleigh : $S \approx (\lambda/2)^2$. Notons également que ces estimations ne prennent pas en considération l'exaltation, par effet de pointe, du champ électromagnétique sous la sonde. Les densités spectrales de puissances évaluées entre 3 et 10 μm sont de 2 à 20 fois plus petites que celles traditionnellement utilisées en champ proche optique opérant dans le visible. Aujourd'hui la validation expérimentale de ces estimations est en cours sur la ligne ID21 à l'ESRF.

IV.3 Choix de la sonde et détection du signal champ proche

Deux types de configuration sont couramment utilisés en SNOM infrarouge, le mode avec ouverture [2-6] ou sans ouverture [7-12]. Dans l'infrarouge le mode avec ouverture impose l'utilisation de fibres en chalcogénure. Malheureusement la bande spectrale de transparence de ces fibres est limitée (2 à 6 μm) et leur coefficient de transmission diminue notablement (en r^{-4}) avec le rayon r de leur ouverture terminale⁵⁰. Nous avons donc opté pour un système sans ouverture. De manière à obtenir un système compact une pointe métallique affinée par voie électrochimique [14] sera fixée à un diapason (voir § III.3.1). Le diapason a été choisi pour des raisons de commodité expérimentale. Le facteur de qualité du système diapason-pointe, maintenu à une valeur de quelques milliers, permettra le contrôle en mode non-contact de la distance pointe surface (voir § III.2.2).

La sonde qui est animée d'un mouvement d'oscillation verticale de fréquence Ω_{mec} , module le signal issu du champ proche, ce qui permettra son extraction du fond diffus par les techniques classiques de démodulation à la fréquence d'une des harmoniques $n\Omega_{mec}$ [11]. Le champ lointain sera collecté par un objectif de type Schwarzschild d'ouverture numérique égale à 0,58. Le flux lumineux, acquis par une photodiode HgCdTe refroidie à 77 K, sera extrait du fond diffus par une détection synchrone dont la référence sera le signal d'excitation du diapason. L'utilisation d'un spectrophotomètre à transformée de Fourier (FTIR) introduit une double modulation dans la chaîne d'acquisition⁵¹. Dans ces conditions, il est communément admis que, pour fonctionner correctement, la fréquence Ω_{mec} de modulation mécanique de la sonde doit être une dizaine de fois supérieure à la fréquence Ω_{FTIR} d'échantillonnage du FTIR. En pratique nous avons $8 < \Omega_{FTIR} < 50$ kHz, ce qui impose l'utilisation d'un diapason de fréquence de résonance Ω_{mec} supérieure à 100 kHz. Le choix de l'amplitude A de modulation peut être estimé à l'aide du raisonnement qualitatif suivant. Pour une pointe vibrant à une distance z_0 d'un échantillon dans un champ d'onde évanescent d'intensité $I(z) \propto \exp(-\kappa z)$, le signal modulé $s(t)$ s'écrit :

$$s(t) \propto e^{-\kappa z_0} e^{-\kappa A \cos(\Omega_{mec} t)} = e^{-\kappa z_0} \left[I_0(\kappa A) + \sum_{n=1}^{\infty} I_n(\kappa A) \cos(n\Omega_{mec} t) \right].$$

Dans le cas où la distance pointe-surface est égale à l'amplitude de vibration $A = z_0$, l'amplitude de vibration optimale A_{opt} est atteinte, pour la première harmonique, lorsque $A_{opt} = 1,545/\gamma$. Cette valeur conduit dans l'infrarouge à des amplitudes d'oscillation

⁵⁰ Une valeur typique de la transmission d'une fibre affinée par voie chimique est de 10^{-3} à 10^{-4} pour un rayon terminal $r = 50$ nm.

⁵¹ Cette situation est tout à fait similaire à celle des ellipsomètre IR à modulation de phase ou en PMIRRAS (§ II.8) où une double modulation (celle du FTIR et celle du modulateur de phase) est présente.

incompatibles avec la résolution spatiale souhaitée. Un compromis devra donc être trouvé entre la résolution spatiale et l'efficacité de la modulation.

IV.4 Perspectives

Dans le cadre d'un projet ANR⁵², il est envisagé de faire une étude à la fois expérimentale et théorique des mécanismes d'interaction entre une sonde métallique et le champ proche infrarouge, d'une part, et de la matrice de Mueller (voir § II.2) d'un microscope en champ proche optique, d'autre part.

Une extension de cet outil pour faire la mesure de capacité locale (SCM) est également possible. Dans cette configuration nous mesurons la capacité entre la sonde et la surface d'un échantillon semi-conducteur. La capacité métal-oxyde-semi-conducteur C_{MOS} entre la pointe et la surface est de l'ordre de l'attofarad. Cette valeur est de plusieurs ordres de grandeur plus petite que celle de la capacité « parasites » $C_{stray} = C_{cone} + C_{levier}$ constituée de la somme de la capacité C_{cone} entre le cône de la pointe et l'échantillon et de celle C_{levier} entre le levier et l'échantillon. La caractéristique capacité-tension $C_{MOS}(U)$ est fortement non-linéaire alors que celle $C_{stray}(U)$ est pratiquement constante⁵³. En appliquant une perturbation $\Delta U \cos(\omega t)$ autour du point de fonctionnement U_0 nous obtenons :

$$\frac{\partial C(U_0 + \Delta U \cos(\omega t))}{\partial t} \approx \left. \frac{\partial C_{MOS}}{\partial U} \right|_{U_0} \Delta U \omega \sin(\omega t).$$

Ainsi, en choisissant U_0 de manière à travailler dans le régime de déplétion (où $\partial C_{MOS} / \partial U$ n'est pas nul), il est possible d'extraire, par démodulation, la quantité $\partial C_{MOS} / \partial U$ qui dépend fortement de la concentration de porteurs libres. L'utilisation d'un diapason [15] permet d'obtenir un montage compact qui pourrait être introduit dans un microscope électronique à balayage, ce qui faciliterait grandement l'analyse d'objets de dimension subnanométrique. De plus le fonctionnement en mode non-contact limitera l'usure des pointes.

Bien entendu l'effort en instrumentation pour mettre en œuvre ces outils est extrêmement important. Il ne pourra être envisagé que dans une dynamique de croissance et de support financier, et par le développement d'un réseau de collaboration avec le monde académique et industriel.

⁵² Notre laboratoire, en partenariat avec le LNIO, le LPICM, l'ESRF et PHILIPS a répondu à un appel PNANO de l'ANR. Dans ce cadre, nous avons proposé un projet exploratoire de SNOM infrarouge.

⁵³ Lorsque l'épaisseur d'oxyde (ou d'air) augmente entre les armatures d'une capacité MOS, toute la chute de potentiel se produit dans l'oxyde (ou l'air). Dans ces conditions la capacité MOS devient pratiquement équivalente à celle d'une capacité métal-oxyde-métal qui ne dépend que de la distance séparant les armatures

Bibliographie

- 1 D. Courjon and C. Bainier, "*Le champ proche optique: Théorie et applications*". (Springer, 2001)
- 2 A. Cricenti, R. Generosi, P. Perfetti, G. Margaritondo, J. Almeida, J. M. Gilligan, N. H. Tolk, C. Coluzza, M. Spajer, D. Courjon, and I. D. Aggarwal, "Interface Applications of Scanning Near-Field Optical Microscopy with a Free Electron Laser," *Physica Status Solidi (a)* **175** (1), 317-329 (1999).
- 3 D. Vobornik, G. Margaritondo, J. S. Sanghera, P. Thielens, I. D. Aggarwal, B. Ivanov, J. K. Miller, R. Haglund, N. H. Tolk, A. Congiu-Castellano, M. A. Rizzo, D. W. Pistone, F. Somma, G. Baldacchini, F. Bonfigli, T. Marolo, F. Flora, R. M. Montoreali, A. Faenov, T. Pikuz, G. Longo, V. Mussi, R. Generosi, M. Luce, P. Perfetti, and A. Cricenti, "Infrared near-field microscopy with the Vanderbilt free electron laser: overview and perspectives," *Infrared Physics & Spectroscopy* **45**, 409-416 (2004).
- 4 T. Masaki, K. Goto, Y. Inouye, and S. Kawata, "Near-field infrared imaging of molecular changes in cholesteryl oleate by free electron laser infrared ablation," *J. Appl. Phys.* **95** (1), 334-338 (2004).
- 5 B. Dagnea, J. Preusser, W. Schade, S. R. Leone, and W. D. Hinsberg, "Transmission near-field scanning microscope for infrared chemical imaging," *J. Appl. Phys.* **86** (5), 2795-2799 (1999).
- 6 B. Dagnea, J. Preusser, J. Szarko, L. McDonough, S. Leone, and W. Hinsberg, "Chemical mapping of patterned polymer photoresists by near-field infrared microscopy," *Appl. Surf. Sci.* **175-176**, 783-789 (2001).
- 7 R. Bachelot, P. Gleyzes, and A. C. Boccara, "Near-field optical microscope based on local perturbation of a diffraction spot," *Optics Letters* **20** (18), 1924-1926 (1995).
- 8 F. Formanek, Y. de Wilde, and L. Aigouy, "Imaging subwavelength holes using an apertureless near-field scanning optical microscope," *J. Appl. Phys.* **93** (12), 9548-9552 (2003).
- 9 Y. De Wilde, F. Formanek, and L. Aigouy, "Apertureless near-field scanning optical microscope based on a quartz tuning fork," *Rev. Sci. Instr.* **74** (8), 3889-3891 (2003).
- 10 B. Knoll and F. Keilmann, "Near-field probing of vibrational absorption for chemical microscopy," *Nature* **399**, 134-137 (1999).
- 11 T. Taubner, F. Keilmann, and R. Hillenbrand, "Nanoscale-resolved subsurface imaging by scattering-type near-field optical microscopy," *Optics Express* **13** (22), 8893-8899 (2005).
- 12 L. Stebounova, B. B. Akhremichev, and G. C. Walker, "Enhancement of the weak scattered signal in apertureless near-field scanning infrared microscopy," *Rev. Sci. Instr.* **74** (8), 3670-3674 (2003).
- 13 A. Piednoir, F. Creuzet, C. Licoppe, and J. M. Ortéga, "Locally resolved infrared spectroscopy," *Ultramicroscopy* **57**, 282-286 (1995).
- 14 M. Kulawik, M. Nowicki, G. Thielsch, L. Cramer, H.-P. Rust, H.-J. Freund, T. P. Pearl, and P. S. Weiss, "A double lamellae dropoff etching procedure for tungsten tips attached to tuning fork atomic force microscopy/scanning tunneling microscopy sensors," *Rev. Sci. Instr.* **74** (2), 1027-1030 (2003).
- 15 Y. Naitou, "High-spatial-resolution scanning capacitance microscope using all-metal probe with quartz tuning fork," *Appl. Phys. Lett.* **85** (11), 2131-2133 (2004).